

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
7 mars 2002 (07.03.2002)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 02/18522 A1

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> :  
C10M 169/00, E21B 17/042, F16B 33/06

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR01/02588

(22) Date de dépôt international : 9 août 2001 (09.08.2001)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
00/11127 31 août 2000 (31.08.2000) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :  
VALLOUREC MANNESMANN OIL & GAS  
FRANCE [FR/FR]; 54, rue Anatole France, F-59620  
Aulnoye-Aymeries (FR).

(71) Déposant (pour DE, GB, JP seulement) : CONDAT S.A.  
[FR/FR]; 19, avenue Frédéric Mistral, F-38670 Chasse-sur-  
Rhône (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : BERTET,  
Régis [FR/FR]; 47, rue André Bollier, F-69007 Lyon (FR).  
CHAMBELLANT, François [FR/FR]; 5, rue Pierre Louis  
Bernaix, F-69100 Villeurbanne (FR). PETELOT, Daniel  
[FR/FR]; 2, route de Marbaix, F-59550 Taisnières en  
Thierache (FR). TRUONG DINH, Nguyen [FR/FR]; Clos

de la Bérichonnière, Route de la Gaillardière, F-69440  
Taluyers (FR). VERDILLON, Lionel [FR/FR]; c/o Mme  
CHATAIN, 121, chemin Muselière, F-69380 Dommartin  
(FR).

(74) Mandataire : PELLICANI, Félix; SETVAL, Division  
Propriété Industrielle, 130, rue de Silly, F-92100 Boulogne-  
Billancourt (FR).

(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL,  
TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,  
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien  
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen  
(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU,  
MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,  
CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— relative au droit du déposant de demander et d'obtenir un  
brevet (règle 4.17.ii)) pour les désignations suivantes AE,  
AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA,  
CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES,  
FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,  
KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG,  
MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: THREADED COMPONENT FOR SEIZURE-RESISTANT TUBULAR THREADED JOINT

(54) Titre : ELEMENT FILETE POUR JOINT FILETE TUBULAIRE RESISTANT AU GRIPPAGE

(57) Abstract: The invention concerns a threaded component for a seizure-resistant tubular threaded joint wherein a lubricating substance is deposited in a thin film on at least the surface of the threads of the threading, said surface being treated to adsorb said lubricating substance. The lubricating substance consists of a homogeneous mixture of a) a thickening agent; b) a set of extreme-pressure additives physically and chemically compatible with the thickening agent and comprising at least an extreme-pressure additive with chemical action called chemical EP additive and capable of being used at Hertz pressures not less than 1000 Mpa's; c) an oil. The proportions of the constituents of the lubricating substance are selected such that said lubricating substance has a consistency capable of ensuring a self-induced and film-forming lubricating process. The invention also concerns a method for producing the thin film.

(57) Abrégé : Elément fileté pour joint fileté tubulaire résistant au grippage dans lequel une substance lubrifiante est déposée en couche mince au moins sur la surface des filets du filetage, cette surface étant traitée pour adsorber ou absorber ladite substance lubrifiante. La substance lubrifiante est constituée d'un mélange homogène: a) d'un épaississant; b) d'un ensemble d'additifs extrême pression compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant au moins un additif extrême pression à action chimique dit additif EP chimique qui est apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa; et c) d'une huile. Les proportions des composants de la substance lubrifiante sont choisies pour que ladite substance lubrifiante possède une consistance apte à assurer un régime de lubrification auto-alimenté et un caractère filmogène. Un procédé de réalisation de la couche mince est également décrit.

WO 02/18522 A1



SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

- relative au droit du déposant de revendiquer la priorité de la demande antérieure (règle 4.17.iii)) pour la désignation suivante US

- relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv)) pour US seulement

**Publiée :**

- avec rapport de recherche internationale

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

## ELEMENT FILETE POUR JOINT FILETE TUBULAIRE RESISTANT AU GRIPPAGE

L'invention concerne les éléments filetés mâles ou femelles disposés en extrémité de tubes et destinés à être assemblés par vissage pour constituer des joints filetés tubulaires résistant au grippage et plus particulièrement ceux destinés à être vissés sans adjonction manuelle de graisse.

5

On connaît de tels éléments filetés et joints filetés tubulaires utilisés notamment pour constituer des colonnes de tubes de cuvelage ou de production ou des trains de tiges de forage pour des puits d'hydrocarbures ou pour des puits similaires, tels que, par exemple, des puits pour la géothermie.

10

De tels types de tubes sont généralement assemblés verticalement, l'extrémité libre de la colonne en surface comportant un élément fileté femelle avec un filetage intérieur femelle.

- 15 Pour pouvoir descendre la colonne dans le puits, on présente un nouveau tube au-dessus de la colonne muni d'un élément fileté mâle comportant un filetage extérieur mâle correspondant au filetage femelle en extrémité libre correspondant de la colonne, on engage le filetage mâle du nouveau tube dans le filetage femelle correspondant de la colonne et on visse le nouveau tube jusqu'à atteindre un niveau
- 20 de couple de vissage ou un repère donnés. On peut alors ensuite descendre la colonne de la longueur du tube qui y a été assemblé et recommencer le processus.

- Compte tenu de la longueur des tubes, environ 10 m, il n'est pas facile d'engager de manière parfaitement coaxiale le nouveau tube avec le haut de la colonne. Aussi les
- 25 filetages souffrent-ils énormément durant l'assemblage et plus particulièrement les flancs d'engagement des filets mâles et femelles qui reposent l'un sur l'autre durant l'engagement et sont en contact glissant durant une grande partie du vissage. Les flancs d'engagement des filets sont de ce fait très sensibles au phénomène de grippage qui peut se manifester sinon au premier vissage du moins aux vissages
- 30 suivants, un joint fileté tubulaire devant être apte à être vissé et dévissé de multiples fois sans présenter de grippage.

Le grippage peut également se manifester au niveau de portées d'étanchéité "métal-métal" présentes sur les éléments filetés des joints filetés tubulaires dit "supérieurs",

-2-

ces portées d'étanchéité étant en contact glissant sous pression de contact croissante jusqu'à la position finale de vissage.

Il en est de même pour les surfaces de butée qui entrent en contact en fin de  
5 vissage.

Aussi est-il exclu de constituer des surfaces de contact glissant purement métal-métal au niveau tant des filetages que des portées d'étanchéité ou des butées si le joint fileté en est muni car la constitution de telles surfaces entraînerait  
10 immanquablement un grippage inacceptable.

La solution classiquement utilisée depuis très longtemps est l'interposition d'une graisse entre les surfaces métalliques en contact glissant, cette graisse étant déposée en paquet sur l'élément fileté.

15

La graisse très généralement utilisée est la graisse API type 5A2 ou 5A3 spécifiée par l'American Petroleum Institute (API) qui est un mélange hétérogène d'une graisse et de particules de graphite et de métaux Pb, Zn et Cu possédant à la fois des propriétés d'anti-grippage et colmatage des jeux entre filets mâles et femelles.

20

Une telle graisse présente néanmoins un certain nombre d'inconvénients.

L'inconvénient premier de la graisse API lié à sa nature est sa teneur en plomb, élément particulièrement nocif pour la santé et pour l'environnement.

25

Une telle graisse possède également d'autres inconvénients dont plusieurs sont communs à toutes les graisses.

Compte tenu de ses caractéristiques, la graisse est généralement apportée au  
30 pinceau ou à la brosse sur les surfaces de contact des éléments filetés. On veille à ce qu'une quantité minimale de graisse mesurée par un volume minimal ou une masse minimale soit apportée sur ces surfaces : ainsi la société Vallourec Mannesmann Oil & Gas France spécifie-t-elle dans le livret VAM® Running Book édité par elle-même en juillet 1996 à destination de ses clients un volume d'au  
35 moins 25 cm<sup>3</sup> ou une masse d'au moins 42 g. de graisse API Bul 5A2 pour

-3-

l'enduction des surfaces de contact des éléments filetés mâles et femelles de joints filetés VAM® TOP de diamètre extérieur 7" (177,8 mm).

Il s'ensuit une certaine variabilité des quantités de graisse apportée sur les éléments

5 filetés :

- a) selon les opérateurs chargés de l'enduction de graisse, notamment sur chantier,
- b) pour un même opérateur, d'un élément fileté à un autre et
- c) pour un même élément fileté, d'un point de l'élément fileté à un autre.

10 L'opération de vissage distribue la graisse dans les jeux entre filets mâles et femelles correspondants, ces jeux variant aléatoirement d'un joint fileté à l'autre du fait des tolérances de fabrication des éléments filetés, et conduit à éjecter les surplus de graisse du joint fileté.

15 Sur certains types de joint fileté, la difficulté à évacuer les surplus de graisse peut se traduire par la constitution de pressions très élevées sur les filets lors du vissage susceptibles de fausser la mesure du couple de vissage, voire de déformer les filets et les portées d'étanchéité voire sur des filetages coniques (qui sont préconisés par l'API et sont de ce fait très utilisés) conduire en cas d'apport excessif à un  
20 déboîtement des filetages avec chute catastrophique de la colonne au fond du puits.

En outre, les surplus de graisse éjectés durant le vissage viennent s'accumuler au fond du puits en grande quantité compte tenu du nombre de joints filetés mis en œuvre et viennent colmater les pores de la roche réservoir, pores que les  
25 hydrocarbures doivent traverser avant d'être recueillis par les tubes de production. Un tel colmatage grève considérablement le coût d'exploitation des puits d'hydrocarbures.

De plus, certaines graisses dont la graisse API 5A2 ou 5A3 n'offrent pas une  
30 protection anticorrosion suffisante compte tenu de leur composition et des conditions et de la durée du transport et/ou du stockage des tubes avant utilisation.

Il est alors nécessaire d'appliquer en atelier de fabrication sur les surfaces de contact des éléments filetés une graisse spécifique pour le transport et le stockage,  
35 une fois sur chantier d'éliminer cette graisse juste avant l'assemblage des tubes et d'appliquer une graisse finale type API 5A2 pour le vissage.

De nombreux autres types de graisse avec ou sans plomb sont décrits dans des brevets pour des assemblages filetés.

- 5 Ces graisses sont souvent hétérogènes, étant chargées de particules métalliques, minérales ou thermoplastiques pour colmater les jeux entre filets mâles et femelles (GB 1086720, US 3526593) et/ou pour éviter le grippage au vissage (US 2065247, US 5275845) ou au dévissage (GB 1033735, US 2419144).
- 10 Les vertus antigrippantes de certaines des graisses décrites dans ces brevets peuvent résulter de la présence dans ces graisses d'additifs extrême pression agissant de manière chimique : US 2065247, US 3095375.

Mais ces brevets sont relatifs à des graisses qui présentent par conséquent les  
15 inconvénients de toutes les graisses signalés ci-dessus pour les graisses API 5A2 ou 5A3.

Des revêtements à consistance solide appliqués par le fabricant de tubes sur les filets et les portées ont ensuite vu le jour permettant de visser "à sec" les joints  
20 filetés sans application ultérieure de lubrifiant sur chantier.

De tels revêtements peuvent être de type métallique tels ceux décrits dans le brevet EP 632225 qui mettent en œuvre une couche externe de plomb ou à base d'oxydes métalliques tels que ceux décrits dans le brevet EP 500 482 qui mettent en œuvre  
25 une couche externe d'oxyde de plomb, mais on retrouve dans ces revêtements la présence non désirée de plomb ou de composés de plomb.

De tels revêtements peuvent être aussi une peinture ou un vernis de glissement.

- 30 La demande de brevet EP 786 616 décrit une méthode de réalisation d'un tel vernis de glissement sur un élément fileté, méthode qui comprend le dépôt préalable d'une couche mince (0,005 à 0,030 mm) de phosphate puis d'une couche de 0,010 à 0,045 mm d'épaisseur d'un mélange de résine synthétique du genre époxy ou autre et de bisulfure de molybdène ou de tungstène et la polymérisation de la résine par  
35 chauffage.

-5-

Le brevet US 4414247 décrit lui aussi une méthode voisine de réalisation d'un vernis de glissement sur un élément fileté.

De tels vernis de glissement présentent d'excellentes propriétés antigrippantes tant qu'ils sont présents. Mais, en tant que vernis solides, ils s'usent et ne sont pas régénérés au fur et à mesure des vissages-dévisages. Aussi constate-t-on après plusieurs vissages-dévisages sur des joints filetés munis de tels revêtements un grippage qui est alors de type brutal et catastrophique.

10 En outre, si un tel vernis de glissement est localement détérioré lors du transport ou du stockage des tubes, il n'est pas possible de réparer localement la couche de vernis.

On a cherché à obtenir par la présente invention un élément fileté mâle ou femelle pour joint fileté tubulaire particulièrement résistant au grippage, comportant un filetage mâle ou femelle selon le type de l'élément fileté, qui, étant muni d'une couche lubrifiante sur les surfaces destinées à être des surfaces de contact, soit exempt des inconvénients précités.

20 On a particulièrement cherché à ce que l'élément fileté selon l'invention puisse être vissé ou dévissé 10 fois avec un élément fileté de type opposé sans présenter de grippage dans des conditions sévères d'exploitation de puits d'hydrocarbures avec des pressions de Hertz mises en œuvre pouvant être supérieures à 300 MPa entre les surfaces glissantes en contact, des vitesses de glissement de 0,1 m/s et des longueurs de glissement pouvant atteindre le mètre.

On a aussi particulièrement cherché à éviter les grippages catastrophiques conduisant brutalement à une dégradation inacceptable des surfaces en contact et obligeant à chuter et à réusiner les éléments filetés.

30 On a, en outre, cherché à ce que l'élément fileté ne libère pas de substance dangereuse pour l'environnement tel que par exemple du plomb ou des métaux lourds.

On a en outre cherché à ce que l'élément fileté puisse être utilisé avec le même succès aussi bien dans des régions arctiques que dans des régions tropicales ou



-6-

équatoriales et après des séjours en fond de puits à des températures pouvant atteindre ou dépasser 160° C.

On a en outre cherché à ce que l'élément fileté puisse normalement être utilisé sur  
5 chantier de forage ou de production de puits sans application de lubrifiant à ce  
stade, le lubrifiant nécessaire étant appliqué à l'atelier de fabrication de l'élément  
fileté.

On a, en outre, cherché à ce que les parties de l'élément fileté destinées à être en  
10 contact glissant lors du vissage et recouvertes en atelier de lubrifiant ne puissent  
être corrodées durant le transport et le stockage.

On a aussi cherché à ce que le dépôt de lubrifiant réalisé en atelier puisse  
éventuellement être réparé sur chantier.

15

On a, bien sûr, cherché à ce que ces propriétés soient obtenues à un coût  
relativement bas.

On a, en outre, cherché à ce que l'élément fileté puisse être utilisé avec succès tant  
20 avec un élément fileté opposé également selon l'invention qu'avec un élément fileté  
opposé compatible du commerce.

On a cherché aussi à ce que les mêmes performances antigrippantes puissent être  
obtenues sur des éléments filetés comprenant outre un filetage, une ou plusieurs  
25 portées d'étanchéité "métal-métal" et/ou au moins une butée de vissage.

On a aussi cherché à ce que les mêmes performances antigrippantes puissent être  
obtenues sur des éléments filetés pour joints filetés tubulaires intégraux ou  
manchonnés, comportant toutes sortes de filetages (coniques, cylindriques, à simple  
30 étage ou à plusieurs étages, etc.) avec toutes sortes de formes de filets  
(triangulaires, trapézoïdaux, etc.) à largeur de filet constante ou variable (filets  
coins).

Selon l'invention, l'élément fileté mâle ou femelle comprend un filetage,  
respectivement mâle ou femelle, une substance lubrifiante étant déposée en couche

-7-

mince au moins sur la surface des filets du filetage, cette surface étant traitée pour adsorber ou absorber ladite substance lubrifiante.

Par couche mince de substance lubrifiante, on entend une couche d'épaisseur  
5 inférieure à 0,10 mm.

La substance lubrifiante utilisée est un mélange homogène :

- a) d'un épaississant ;
- b) d'au moins un additif extrême pression (EP) dont au moins un additif extrême  
10 pression à action chimique dit additif EP chimique et ;
- c) d'une huile.

Par mélange homogène on entend de manière connue en soi une dispersion intime et stable des constituants, de manière à ce que la substance lubrifiante présente  
15 des propriétés identiques en tous points.

Les proportions des trois composants de la substance lubrifiante sont choisies pour que ladite substance lubrifiante possède une consistance apte à assurer un régime de lubrification auto-alimenté et un caractère filmogène.  
20

La notion de régime de lubrification auto-alimenté est connue en soi pour caractériser le fait que, chez les substances lubrifiantes du type des huiles et de certaines graisses, la couche de substance lubrifiante n'est jamais détruite de manière irréversible mais « s'auto-guérit » ou « s'auto-cicatrise » au fur et à mesure  
25 qu'elle est cisailée au cours du vissage.

Une telle caractéristique peut être obtenue pour une plage de consistance de la substance lubrifiante à température ambiante relativement large allant d'une consistance semi-solide semblable à celle d'un vernis très visqueux avant séchage à  
30 une consistance pâteuse ne coulant pas semblable à une cire.

Il est nécessaire de combiner les trois composants de la substance lubrifiante, épaississant, additif EP et huile, pour résoudre le problème posé. La substance lubrifiante peut toutefois accessoirement comporter d'autres substances, inactives  
35 du point de vue de la résistance au grippage, ajoutées dans d'autres buts (couleur de la couche par exemple).

L'épaississant, comme son nom l'indique, sert à donner à la substance lubrifiante un aspect épais, visqueux, consistant, pâteux mais fluide pour assurer un régime de lubrification auto-alimenté et des propriétés filmogènes. Il peut être également un liant des autres constituants de la substance lubrifiante.

On peut distinguer deux familles chimiques d'épaississant, les organiques et les minéraux :

a) épaississants organiques :

On peut mettre en œuvre à titre d'exemple non limitatif d'épaississant organique les cires pétrolières, animales ou végétales, les cires de petrolatum, les cires de petrolatum oxydées, les cires sulfonées, les cires synthétiques ainsi que les mélanges de ces cires, les résines pétrolières tackifiantes, les bitumes, les polymères solubles ou dispersables dans l'huile, les savons liposolubles, etc. En plus des propriétés précitées, ce type d'épaississant peut avantageusement posséder une fonction de protection contre la corrosion de par ses caractéristiques chimiques et physiques,

b) épaississants minéraux :

L'épaississant minéral pourra être de la silice calcinée hydrophobe, des bentonites greffées hydrophobes ou du dioxyde de titane.

Les additifs extrême pression (EP) sont des substances bien connues dans le domaine des lubrifiants. Leurs performances peuvent être mesurées par des normes d'essai EP (test 4 billes, test Falex...).

25

Par définition, les additifs EP chimiques réagissent avec les parties métalliques en contact à partir d'une certaine température générée par les phénomènes de friction en créant un film lubrifiant chimique. Parmi les additifs EP chimiques, on connaît :

- les additifs EP chimiques à base de soufre ou contenant du soufre, tels que, par exemple, les hydrocarbures ou les esters soufrés commercialisés sous le nom de « produit soufré », les dithiocarbamates métalliques, les sulfonates métalliques neutres ou surbasés ;
- les additifs EP chimiques à base de phosphore tels que les acides ou les esters phosphoriques ;
- les additifs EP chimiques à base de soufre et de phosphore tels que les dithiophosphates métalliques, notamment ceux de zinc ;

-9-

- les additifs EP chimiques à base de chlore, notamment les paraffines chlorées ;
- les esters ou acides gras modifiés ou non, les esters complexes, etc.

Ces additifs EP chimiques sont en général produits et commercialisés dilués dans  
5 une huile minérale mais on entend dans la suite du présent document par additif EP chimique la substance active non diluée.

Le ou les additifs EP chimiques utilisés sont choisis parmi ceux connus pour  
permettre un fonctionnement sans grippage sous une pression de Hertz supérieure  
10 à égale à 1 000 MPa.

Ils sont aussi choisis pour être compatibles physiquement et chimiquement avec  
l'épaississant choisi : ils doivent ainsi être parfaitement miscibles avec l'épaississant  
mais ne doivent pas réagir avec celui-ci car leurs propriétés extrême pression  
15 seraient alors fortement diminuées.

Ces additifs EP chimiques peuvent être utilisés seuls ou en mélange de manière à  
alors profiter d'une synergie maximale de leurs performances.

20 On entend par huile dans la composition de la substance lubrifiante tant une huile spécifiquement ajoutée qu'une huile dans laquelle les épaississants et/ou les additifs EP, notamment les additifs EP chimiques, sont fournis dilués.

L'huile mise en œuvre peut être une coupe de distillation de produits pétroliers dite  
25 encore « base minérale » mais également une base synthétique obtenue par réaction chimique telle que les polyalphaoléfines, les polyisobutènes, les esters, etc. Elle peut également être une base d'origine végétale (huile de colza, tournesol, etc.) ou animale. Elle peut encore être un mélange de ces bases.

30 Préférentiellement, le ou les additifs EP chimiques et l'épaississant sont solubles dans l'huile, ce qui permet de bien disperser le ou les additifs EP chimiques avec l'épaississant et d'obtenir une substance lubrifiante parfaitement homogène.

Préférentiellement, l'épaississant possède des molécules chimiques à caractère  
35 polaire marqué. Une telle caractéristique permet notamment de rendre la substance lubrifiante adhérente sur un substrat.

Préférentiellement, l'épaississant est stable chimiquement jusqu'à une température supérieure ou égale à 120°C et de préférence supérieure ou égale à 160°C.

- 5 Optionnellement, le ou les additifs EP comprend aussi au moins un additif EP à action physique, préférentiellement sous forme de particules solides submicroniques pour permettre l'obtention de la substance lubrifiante sous forme d'un mélange homogène.
- 10 Les additifs EP à action physique dits additifs EP physiques s'intercalent entre les surfaces en contact sous forme d'un film cisailable dans des plans de clivage caractéristiques de leur structure cristalline et parallèles au plan du mouvement, ou dans des plans déformables facilement. Respectivement on peut trouver dans la première catégorie (clivage) le graphite, les bisulfures de molybdène, de tungstène
- 15 ou d'étain, le nitrure de bore etc. et dans la seconde, les polymères du type PTFE, polyamide, polyurée, etc.

Préférentiellement, au moins un des composants de l'ensemble d'additifs EP possède des propriétés anticorrosion.

20

La teneur totale en additifs EP est préférentiellement comprise entre 5 et 75 % selon le ou les types d'additif EP mis en œuvre.

- Selon un premier mode de réalisation préférentiel, la teneur totale des additifs EP
- 25 est comprise entre 5 % et 50 % et très préférentiellement entre 15 % et 32 % en poids.

Avantageusement selon ce premier mode de réalisation, la substance lubrifiante comprend plusieurs additifs EP chimiques, préférentiellement non chlorés.

30

- Selon un premier sous-mode de réalisation de ce premier mode de réalisation, la teneur en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 5 % et 60 % en poids et préférentiellement entre 8 % et 40 % en poids ; il s'ensuit une teneur en huile dans la substance lubrifiante comprise entre 30 % et 75 % et
- 35 préférentiellement entre 40 % et 60 % en poids.

-11-

Selon un second sous-mode de réalisation de ce premier mode de réalisation permettant d'avoir un dépôt de consistance plus solide, la teneur en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 60 % et 80 % en poids ; il s'ensuit une teneur en huile dans la substance lubrifiante comprise entre 5 % et 20 % en poids.

Selon un second mode de réalisation préférentiel selon laquelle le ou les additifs EP chimiques comprennent une paraffine chlorée, la teneur en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 25 % et 60 % en poids et la teneur totale en additifs EP dans la substance lubrifiante est comprise entre 40 % et 75 % ; il s'ensuit une teneur en huile dans la substance lubrifiante comprise entre 0,5 % et 15 % en poids.

Dans les différentes compositions du présent document, les teneurs en épaississant et celles en additifs EP correspondent aux teneurs en substances actives des constituants indiqués.

Préférentiellement, le poids de couche de substance lubrifiante sur l'élément fileté est compris entre 0,1 g/m<sup>2</sup> et 40 g/m<sup>2</sup>.

En variante, la surface des filets du filetage, traitée pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante est la surface d'une couche choisie parmi le groupe constitué par les couches de phosphatation, les couches d'oxalatation et les couches métalliques.

En variante, la surface des filets du filetage est traitée pour lui conférer une rugosité contrôlée de manière à adsorber ou absorber la substance lubrifiante. Un tel traitement peut par exemple être un sablage, un grenailage, une gravure ou tout mode équivalent.

Préférentiellement, la surface des filets du filetage est traitée pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante sur une profondeur comprise entre 0,003 mm et 0,080 mm.

-12-

Avantageusement, la substance lubrifiante est aussi déposée sur chaque surface de portée d'étanchéité lorsque l'élément fileté considéré comporte de telles portées d'étanchéité.

- 5 Avantageusement aussi, la substance lubrifiante est aussi déposée sur chaque surface de butée lorsque l'élément fileté considéré comporte de telles butées.

Avantageusement encore, toutes les surfaces sur lesquelles la substance lubrifiante est volontairement déposée en couche mince sont des surfaces traitées pour  
10 adsorber ou absorber la substance lubrifiante.

La présente invention vise aussi à protéger un joint fileté tubulaire résistant au grippage qui comprend un élément fileté mâle et un élément fileté femelle, chacun muni d'un filetage de type correspondant, les filetages étant vissés l'un dans l'autre  
15 en position d'assemblage, dans lequel au moins un des deux éléments filetés est un élément fileté selon l'invention précédemment décrite.

Selon une variante de ce joint fileté, un seul des deux éléments filetés est un élément fileté selon l'invention précédemment décrite, l'autre élément fileté  
20 comportant une couche mince de la substance lubrifiante précédemment définie déposée directement au moins sur la surface des filets du filetage, la substance lubrifiante étant un mélange homogène :

- a) d'un épaississant ;
- b) d'au moins un additif extrême pression, le ou les additifs extrême pression étant  
25 compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant au moins un additif extrême pression à action chimique dit additif EP chimique qui est apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa et ;
- c) d'une huile.

30

Par couche mince de substance lubrifiante directement déposée, on veut dire que la surface des filets considérés n'a pas été traitée pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante.

- 35 La présente invention vise aussi à protéger un procédé d'obtention d'une couche mince de substance lubrifiante sur l'élément fileté mâle ou femelle pour joint fileté

-13-

tubulaire résistant au grippage précédemment décrit, élément fileté qui comprend un filetage respectivement mâle ou femelle.

Le procédé selon l'invention comprend les étapes suivantes :

- 5 a) préparation d'un mélange liquide homogène entre :
  - un solvant volatil,
  - un épaississant,
  - au moins un additif extrême pression, le ou les additifs extrême pression étant compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant
- 10 au moins un additif extrême pression à action chimique apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa et
- une huile ;
- b) application au moins sur la surface des filets du filetage de l'élément fileté d'une couche mince d'épaisseur sensiblement uniforme dudit mélange liquide et ;
- 15 c) évaporation naturelle ou forcée du solvant.

Par solvant volatil, on entend toute coupe pétrolière dont les températures de distillation sont comprises entre 40° C et 250° C. On peut citer parmi ces solvants volatils les essences spéciales, les white-spirit, les pétroles lampants, les produits

20 aromatiques tel que benzène, toluène, xylène, etc.

Optionnellement, au moins la surface des filets du filetage de l'élément fileté est traitée pour adsorber ou absorber la surface lubrifiante à appliquer.

- 25 Préférentiellement, la viscosité du mélange liquide mesurée par coupe FORD n°4 correspond à un temps compris entre 10 s et 30 s et préférentiellement entre 15 s et 25 s.

Préférentiellement aussi, la couche de mélange liquide est appliquée par

30 pulvérisation.

Elle peut alternativement être appliquée par tout autre moyen : trempé, pinceau, aspersion.

- 35 L'évaporation du solvant peut être réalisée naturellement ou de manière forcée, notamment par chauffage modéré de l'élément fileté ou par convection d'air chaud.



Les figures suivantes illustrent de manière non limitative plusieurs modes de réalisation de l'invention.

- 5 La figure 1 représente un type d'assemblage fileté manchonné comportant 4 éléments filetés tubulaires susceptibles de mettre en œuvre l'invention.

La figure 2 représente un autre type d'assemblage fileté manchonné comportant 4 éléments filetés tubulaires susceptibles de mettre en œuvre l'invention.

10

La figure 3 représente un type d'assemblage fileté dit intégral comportant 2 éléments filetés tubulaires susceptibles de mettre en œuvre l'invention.

- 15 La figure 4 représente quelques filets mâles d'un élément fileté tubulaire mâle du commerce du type représenté à la figure 1.

La figure 5 représente quelques filets femelles d'un élément fileté tubulaire femelle selon l'invention du type représenté à la figure 1.

- 20 La figure 6 représente un détail de la figure 5.

La figure 7 représente la phase d'engagement au début de l'assemblage des filets mâles et femelles des figures 4 et 5.

- 25 La figure 8 représente les mêmes filets mâles et femelles des figures 4 et 5 une fois l'assemblage terminé.

La figure 9 représente quelques filets mâles d'un élément fileté tubulaire mâle pour un joint fileté tubulaire suivant l'invention du type représenté à la figure 2.

30

La figure 10 représente quelques filets femelles d'un élément fileté tubulaire femelle selon l'invention du type représenté à la figure 2.

- 35 La figure 11 représente la phase d'engagement au début de l'assemblage des filets mâles et femelles des figures 9 et 10.

-15-

La figure 12 représente un détail de la figure 11.

La figure 13 représente les mêmes filets mâles et femelles des figures 9 et 10 une fois l'assemblage terminé.

5

La figure 14 représente une variante de la figure 9.

La figure 15 représente les filets mâles et femelles des figures 14 et 10 une fois l'assemblage terminé.

10 La figure 16 représente une zone d'extrémité libre d'un élément mâle représenté à la figure 2.

La figure 17 représente une zone de logement à l'intérieur d'un élément fileté tubulaire femelle selon l'invention représenté à la figure 2.

15

La figure 18 représente ces zones d'extrémité libre de la figure 16 et de logement de la figure 17 après assemblage des éléments filetés.

La figure 19 est un graphique représentant une courbe de vissage d'un joint fileté  
20 selon figures 9 à 13 et 16 à 18.

La figure 20 est un graphique représentant pour un joint fileté selon figures 9 à 13 et 16 à 18 l'évolution relative du couple d'accostage au vissage et celle du couple initial de dévissage en fonction du nombre de cycles de vissage-dévissage.

25

La figure 1 représente un assemblage fileté 100 selon la spécification API 5CT entre deux tubes métalliques 101 et 101' au moyen d'un manchon 102 et comportant 2 joints filetés.

30 Chaque extrémité de tube 101, 101' comporte un élément mâle 1, 1' comprenant un filetage conique mâle 103, 103' à filets "ronds" et se termine par une surface d'extrémité mâle 109, 109'.

-16-

Le manchon 102 comporte 2 éléments femelles 2, 2' disposés symétriquement par rapport au plan médian du manchon, chaque élément femelle comprenant un filetage conique femelle 104, 104' à filets conjugués du mâle.

- 5 Les filetages mâles 103, 103' sont vissés dans les filetages femelles conjugués 104, 104'.

La spécification API 5B définit pour ce type d'assemblage, la forme des filets, leur dimension, la conicité des filetages, le pas des filetages, etc, ...

10

Bien que non représenté, on peut aussi utiliser selon les spécifications API 5CT et 5B un assemblage à filetages dits "Buttress", disposé de la même manière que celui de la figure 1 mais à filets trapézoïdaux.

- 15 La figure 2 représente un assemblage fileté manchonné 200 à deux éléments mâles 1, 1' et deux éléments femelles 2, 2', à filetages coniques 203, 204 et à filets trapézoïdaux, le manchon 202 présentant un talon 206 dans sa partie centrale entre les éléments femelles, talon permettant de rendre l'écoulement de fluide non turbulent dans les tubes 201, 201' et de réaliser des butées femelles 210 venant en  
20 appui contre des butées mâles 209 constituées par les surfaces annulaires d'extrémités des tubes.

- Des portées d'étanchéité mâles 207 et femelles 208 coniques, disposées sur des parties non filetées et interférant radialement de manière à former une pression  
25 élastique de contact entre elles permettent d'assurer de manière connue l'étanchéité de l'assemblage de la figure 2.

La figure 3 représente un joint fileté intégral 300 entre deux tubes 301 et 302 comportant des filetages cylindriques à double étage.

30

Le tube 301 comporte à son extrémité un élément mâle 1 comprenant un filetage mâle cylindrique à deux étages 303, 303', une surface mâle conique d'épaulement 307 en demi-queue d'aronde entre les deux étages de filets mâles et des butées 309, 309' à chaque extrémité de l'élément mâle.

35

-17-

Le tube 302 comporte à son extrémité un élément femelle 2 conjugué de l'élément mâle 1 et comprenant un filetage femelle cylindrique à deux étages 304, 304', une surface femelle conique d'épaulement 308 en demi-queue d'aronde entre les 2 étages de filets femelles et des butées 310, 310' à chaque extrémité de l'élément femelle.

Les filetages mâle et femelle de l'assemblage 300 sont à filets trapézoïdaux et ne présentent normalement pas d'interférence radiale après vissage.

10 Dans l'état assemblé, les épaulements 307, 308 forment la butée principale, les butées 309, 309', 310, 310' ne servant que de butée de secours en cas d'enfoncement de la butée principale.

Les surfaces coniques 311', 312' respectivement sur les éléments mâle et femelle forment au voisinage de l'extrémité de l'élément mâle une paire intérieure de portées d'étanchéité métal-métal. Les surfaces coniques 311, 312 forment, elles, au voisinage de l'extrémité de l'élément femelle une paire extérieure de portées d'étanchéité métal-métal. La paire extérieure 311, 312 de portées d'étanchéité pourrait également être disposée entre les épaulements 307, 308 et l'étage de filetage de grand diamètre 303, 304.

La figure 4 représente en coupe longitudinale quelques filets triangulaires 11 du filetage conique mâle 103 de la figure 1.

25 Les filets mâles 11 comprennent deux flancs rectilignes 13,15 qui font chacun un angle de 30° par rapport à la normale YY à l'axe XX de l'élément fileté, et de part et d'autre de cette normale, un sommet de filet mâle 17 arrondi et un fond de filet mâle 19 également arrondi.

30 Le flanc 15 dont la normale à la surface est dirigée vers l'extrémité libre mâle 109 est le flanc dit d'engagement car c'est le flanc d'engagement mâle qui repose sur le flanc d'engagement femelle lors de l'engagement des éléments filetés mâle et femelle en vue de leur assemblage par vissage.

35 Le flanc 13 dont la normale à la surface est dirigée du côté opposé à l'extrémité libre mâle 109 est le flanc porteur. Ce sont les flancs porteurs qui supportent les efforts

-18-

de traction axiale sur les joints filetés. Les surfaces 13, 15 et les zones 17, 19 des filets mâles sont brutes d'usinage.

La figure 5 représente en coupe longitudinale quelques filets triangulaires 12 du  
5 filetage conique femelle 104 de la figure 1.

Les filets femelles 12 ont une forme correspondant à la forme des filets mâles 11 avec chacun un flanc d'engagement 16 et un flanc porteur 14, disposés à 30° de part et d'autre de la normale YY à l'axe de l'élément fileté, un sommet de filet  
10 femelle 20 et un fond de filet femelle 18.

Les surfaces 14, 16 et les zones 18, 20 des filets femelles sont traitées pour absorber ou adsorber une substance lubrifiante et comprennent pour cela une  
15 couche 32 de conversion par phosphatation au manganèse d'épaisseur 0,006 mm réalisée sur les surfaces de filet brutes d'usinage. La couche de phosphatation au manganèse est bien adaptée au traitement d'éléments filetés en acier non allié ou faiblement allié.

D'autres couches de phosphatation sont également possibles telle que, par  
20 exemple, une couche de phosphatation au zinc.

Dans le cas d'éléments filetés en acier à forte teneur en chrome ou en alliage à base de nickel, il peut être judicieux de plutôt réaliser une couche par oxalatation ou un dépôt de cuivre métallique.

25

L'épaisseur recherchée pour ces différentes couches est du même ordre de grandeur que celle par phosphatation au manganèse.

La surface traitée des filets femelles 12 est recouverte d'une couche mince 22 d'une  
30 substance lubrifiante qui est en partie adsorbée ou absorbée dans la couche de phosphatation et qui surmonte celle-ci sur quelques microns d'épaisseur de manière sensiblement uniforme sur la surface traitée des filets 12. Le rapport entre poids de couche adsorbée ou absorbée dans la couche de phosphatation et poids de couche surmontant la couche de phosphatation est d'environ 1/1.

35

-19-

Les compositions suivantes donnent des exemples de composition (en % en poids) et de poids de couche (en g/m<sup>2</sup>) de substance lubrifiante convenable.

**EXEMPLE 1**

5	- Cire paraffinique pétrolière :	19 %
	- Produit soufré :	6 %
	- Sulfonates surbasés :	13 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
	- huile minérale :	59 %
10	Poids de dépôt :	20 g/m <sup>2</sup>

La substance lubrifiante comprend trois additifs EP chimiques, à savoir le produit soufré, les sulfonates surbasés et le dithiophosphate métallique qui sont des constituants solubles dans l'huile. La cire est également soluble dans l'huile.

**EXEMPLE 2**

15	- Cire de petrolatum oxydé :	29 %
	- Produit soufré :	6 %
	- Sulfonates de calcium surbasés :	13 %
	- Dithiophosphate métallique (Zn) :	3 %
20	- huile minérale	49 %
	Poids de dépôt :	20 g/m <sup>2</sup>
	Viscosité cinématique du dépôt à +100 °C :	260 cSt.

A noter que les cires de petrolatum oxydé sont des composés très stables en température, non détériorés chimiquement par un maintien à une température de 160° C. Une telle stabilité chimique permet de descendre les joints filetés au fonds de puits où la température peut atteindre 160°C sans altération irréversible des caractéristiques de la cire ; les joints filetés peuvent alors être remontés du puits pour être dévissés avant d'être de nouveau revissés et redescendus dans le même puits ou dans un autre puits.

**EXEMPLE 3**

	- Cire de petrolatum :	31 %
	- Produit soufré :	6 %
35	- Sulfonates surbasés :	13 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %

-20-

- huile minérale	47 %
Poids de dépôt :	24 g/m <sup>2</sup>

## EXEMPLE 4

5	- Résine pétrolière tackifiante :	30 %
	- Produit soufré :	6 %
	- Sulfonates surbasés :	13 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
	- huile minérale	48 %
10	Poids de dépôt :	21 g/m <sup>2</sup>

## EXEMPLE 5

	- Cire sulfonatée :	30 %
	- Produit soufré :	6 %
15	- Sulfonates surbasés :	13 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
	- huile minérale	48 %
	Poids de dépôt :	21 g/m <sup>2</sup>

## 20 EXEMPLE 6

	- Bitume :	30 %
	- Produit soufré :	6 %
	- Sulfonates surbasés :	13 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
25	- huile minérale	48 %
	Poids de dépôt :	22 g/m <sup>2</sup>

## EXEMPLE 7

	- Stéarate d'aluminium :	30 %
30	- Produit soufré :	6 %
	- Sulfonates surbasés :	13 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
	- huile minérale	48 %
	Poids de dépôt :	23 g/m <sup>2</sup>

35

## EXEMPLE 8

-21-

	- Bentone lipophile :	9 %
	- Produit soufré :	7 %
	- Sulfonates surbasés :	13 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
5	- huile minérale	68 %
	Poids de dépôt :	14 g/m <sup>2</sup>

## EXEMPLE 9

	- Polyalkylméthacrylate (épaississant organique) :	12 %
10	- Produit soufré :	6 %
	- Sulfonates surbasés :	12 %
	- Dithiophosphate métallique :	4 %
	- huile minérale	66 %
	Poids de dépôt :	23 g/m <sup>2</sup>

15

## EXEMPLE 10

	- Cire de petrolatum oxydé :	39 %
	- Polyisobutène :	2 %
	- Paraffine chlorée :	59 %
20	Poids de dépôt :	21 g/m <sup>2</sup>

Dans cet exemple 10, la paraffine chlorée possède une consistance huileuse ; une faible proportion d'huile est ajoutée sous forme de polyisobutène (base synthétique).

25 L'utilisation de paraffine chlorée comme additif EP chimique rend cette composition plus particulièrement adaptée à être mise en œuvre sur des éléments filetés en certains aciers inoxydables (ceux non sensibles à la corrosion par le chlore ou les chlorures) ou en alliage de nickel.

## 30 EXEMPLE 11

	- Cire de petrolatum oxydé :	67 %
	- Produit soufré :	5 %
	- Sulfonates de calcium surbasés :	12 %
	- Dithiophosphate métallique (Zn) :	5 %
35	- huile minérale	11 %
	Poids de dépôt :	23 g/m <sup>2</sup>



-22-

Viscosité cinématique du dépôt à +100 °C : 560 cSt.

Dans tous les exemples précédents, les dépôts de substance lubrifiante obtenus sont lisses du fait du caractère filmogène de la substance lubrifiante et du mélange  
5 liquide dont elle provient.

Dans tous les exemples précédents sauf pour les exemples 5 et 9, les dépôts de substance lubrifiante obtenus sont d'aspect cireux, adhérent, ne coulant pas et possèdent donc à température ambiante une consistance pâteuse ; à titre indicatif la  
10 viscosité de tels dépôts est comprise entre 100 cSt et 1000 cSt à +100°C, température susceptible d'être obtenue lors du vissage des éléments filetés.

Dans le cas des exemples 5 et 9, l'aspect du dépôt est plutôt celui d'un vernis très visqueux et sa consistance est dite semi-solide.  
15

Dans tous les exemples sauf l'exemple 10, la substance lubrifiante comprend comme additif EP trois additifs EP chimiques, la teneur totale en additif EP variant autour de 20-25 %.

20 Dans les exemples 1 à 9, le rapport entre produit soufré, sulfonates surbasés et dithiophosphate métallique est sensiblement de 2 :4 :1. Dans l'exemple 11, il est sensiblement de 1 :2 :1.

La teneur en huile dans la substance lubrifiante varie fortement suivant la nature de  
25 l'épaississant et/ou des additifs EP et suivant la consistance souhaitée :

- autour de 50 % pour les exemples 1 à 7 ;
- autour de 65-70 % pour les exemples 8 (épaississant = bentone lipophile) et 9 (consistance plus coulante) ;
- autour de 10 % pour l'exemple 11 (consistance cireuse relativement solide) ;
- 30 -autour de 2 % seulement pour l'exemple 10 compte tenu de la consistance huileuse de la proportion de la paraffine chlorée.

Dans tous les exemples comprenant un épaississant organique, c'est-à-dire dans tous les exemples sauf dans l'exemple 8, l'épaississant présente des molécules  
35 chimiques à caractère polaire marqué qui lui confèrent un caractère adhérent à la surface métallique traitée des filets et un caractère hydrophobe. Un tel caractère

-23-

adhérant hydrophobe permet à la couche mince 22 de substance lubrifiante de parfaitement recouvrir la surface traitée des filets et de protéger cette surface contre la corrosion, notamment lors du stockage des tubes avec leurs éléments filetés avant leur utilisation.

5

Toutes les compositions de ces 11 exemples donnent une charge de soudure à l'essai ASTM D2596 "4 billes" (essai EP) supérieure à 800 kg et un diamètre d'empreinte d'usure de bille de 0,35 à 0,37 mm après 1 h sous 392 N (40kgf) de charge lors d'essais d'usure selon ASTM D2266.

10

Tous les additifs EP chimiques des 11 exemples sont compatibles physiquement et chimiquement avec les épaississants correspondants. Les additifs EP chimiques doivent, en effet, rester stables jusqu'à ce qu'ils soient soumis à des températures résultant de la rupture locale du film lubrifiant et permettant à ces additifs de  
15 seulement alors réagir chimiquement avec les surfaces métalliques en contact pour former des constituants empêchant ou retardant le grippage même lorsque la pression de contact dépasse 1000 MPa.

Optionnellement, la substance lubrifiante peut comporter outre un épaississant, des  
20 additifs EP et une huile, moins de 5 % d'un colorant n'ayant pas d'action sur les propriétés antigrippantes mais destiné à témoigner de la présence de la couche mince de substance lubrifiante selon l'invention (fonction de traçabilité et de différenciation par rapport aux graisses standards API).

25 La substance lubrifiante peut ainsi comporter 2,5 % de noir de carbone en poudre pour conférer à la substance lubrifiante une teinte noire très homogène ou bien 0,12 % de fluorescéine (« Fluorescent Green Light ») pour conférer à la substance lubrifiante une teinte vert foncé.

30 La figure 7 représente les filets femelles 12 au cours de la phase d'engagement lors de leur assemblage par vissage aux filets mâles 11.

La couche de substance lubrifiante 22 empêche le contact direct des flancs d'engagement mâles 15 bruts d'usinage et femelles 16 traités par phosphatation.

35

-24-

Du fait que le vissage ne vient que de commencer et de la disposition conique des filetages, il subsiste par contre un espace libre entre la couche 22 et la surface de filet mâle au niveau des flancs porteurs 13, 14 et des sommets et fonds de filets.

- 5 La couche 22 supporte au niveau des flancs d'engagement le poids du tube 101 qui est vissé en position verticale au-dessus du manchon 102 préassemblé au tube 101' et le couple élevé fourni par la clé de vissage.

Un désalignement, même léger, des axes des éléments filetés mâle et femelle 1, 2 en cours d'engagement conduirait, en l'absence de toute couche lubrifiante, à un labourage des surfaces des flancs d'engagement et à un grippage très rapide de ces flancs en contact : il peut alors être impossible de dévisser des joints filetés ainsi grippés et il faut de toutes façons reconditionner les surfaces détériorées de filet.

La présence d'épaississant et d'huile dans la substance lubrifiante de la couche 22 et la viscosité de la substance lubrifiante permettent d'assurer en présence de contraintes de cisaillement un régime de lubrification auto-alimenté typique d'une huile ou d'une graisse. Ceci se traduit par l'absence de fissuration de la substance lubrifiante au cisaillement pour des températures extérieures de mise en œuvre comprises entre -50 et +50°C ; on peut encore dire que la substance lubrifiante s'auto-guérit ou s'auto-cicatrise au fur et à mesure qu'elle est cisailée.

La couche de phosphatation 32 sur la surface des filets femelles 12 permet de retenir efficacement la substance lubrifiante sur la surface de ces filets.

- 25 Dans des conditions d'extrême pression où l'auto-alimentation en substance lubrifiante viendrait localement à être rompue, l'additif extrême pression chimique prend le relais pour empêcher le grippage.

La figure 8 montre les filets mâles et femelles 11, 12 en position finale vissée.

30

La substance lubrifiante de la couche mince 22 s'est répartie au cours du vissage dans les jeux entre les surfaces hélicoïdales des filets. Elle s'interpose entre flancs porteurs 13, 14 et entre flancs d'engagement 15, 16 et elle comble plus ou moins les jeux entre sommets et fonds de filets 17, 18, 19, 20 selon les appariements dus aux

35 tolérances dimensionnelles.

Il n'y a pas de ce fait d'éjection d'excès de substance lubrifiante dans l'intérieur du puits et les éléments filetés ne peuvent être déformés par les pressions exercées par un fort excès de substance lubrifiante.

5

Le dévissage des filets assemblés conduit à une séparation en deux de la couche 22, séparation qui se produit de manière aléatoire au sein de cette couche.

Les restes de couches sur les filets mâles et femelles permettent néanmoins  
10 d'effectuer au moins 10 cycles de vissage-dévissage sans apparition de grippage.

Les inventeurs ont par contre constaté qu'un simple apport d'une graisse classique de type API 5A2 diminué par rapport aux quantités prescrites de manière standard de manière à simplement combler les jeux entre filets conduit rapidement au  
15 grippage après quelques cycles de vissage/dévissage si l'apport n'est pas renouvelé entre cycles.

La figure 9 représente en coupe longitudinale quelques filets mâles trapézoïdaux 51 du filetage conique mâle 203 de la figure 2.

20

Les filets mâles 51 comprennent quatre faces rectilignes à savoir :

- un flanc porteur 53 ;
- un flanc d'engagement 55 ;
- un sommet de filet 57 ;
- 25 - un fond de filet 59.

Les sommets et fonds de filets sont parallèles au cône primitif du filetage 103.

En variante non représentée, ils pourraient être parallèles à l'axe de l'assemblage, la  
30 hauteur radiale du flanc d'engagement étant alors plus grande que celle du flanc porteur.

Le flanc porteur 53 fait un angle A faiblement négatif avec la normale à l'axe de l'élément fileté, par exemple  $-3^\circ$ , de sorte qu'il est en léger surplomb.

35

-26-

Le flanc d'engagement 55 fait un angle positif B avec la normale à l'axe de l'assemblage de sorte que les filets 51 soient plus étroits à leur base qu'à leur sommet 57, ce qui facilite l'usinage.

- 5 Les 4 faces 53, 55, 57, 59 des filets 51 sont recouvertes à l'état brut d'usinage d'un dépôt 21 de quelques micromètres d'épaisseur de la même substance lubrifiante que celle objet du dépôt 22 de la figure 5. On peut appliquer les mêmes compositions et les mêmes poids de couche que dans le cas des exemples relatifs à la figure 5.

10

La figure 10 représente en coupe longitudinale quelques filets femelles trapézoïdaux 52 du filetage conique femelle 204 de la figure 2.

- Les filets femelles 52 comprennent 4 faces rectilignes de forme et disposition  
15 correspondant à celles de filets mâles 51, à savoir :

- un flanc porteur 54 d'angle A faiblement négatif ;
- un flanc d'engagement 56 d'angle positif B ;
- un sommet de filet 60 ;
- un fond de filet 58.

20

Les faces 54, 56, 58, 60 sont traitées par phosphatation au manganèse de manière à réaliser une couche de phosphatation 32 d'épaisseur 0,006 mm comme dans le cas de la figure 5.

- 25 La surface ainsi traitée des filets femelles 52 est recouverte d'une couche mince 22 de la même substance lubrifiante que celle décrite à la figure 5.

- Cette substance lubrifiante est absorbée ou adsorbée sur la surface traitée des filets 52 et surmonte cette surface sur quelques micromètres d'épaisseur de manière  
30 uniforme. On peut appliquer les mêmes compositions et les mêmes poids de couche que dans le cas des exemples relatifs à la figure 5.

- Comme dans le cas de la figure 5, la phosphatation au manganèse peut être remplacée par un autre traitement de surface plus adapté au métal de l'élément  
35 fileté pour réaliser des surfaces propres à absorber ou adsorber la substance lubrifiante.

-27-

La figure 11 représente les filets femelles 52 au cours de la phase d'engagement lors de leur assemblage par vissage aux filets mâles 51.

5 Au niveau des flancs d'engagement 55, 56 (voir figure 12), les couches 21, 22 ne font plus qu'une, 23, alors qu'elles sont distinctes entre les autres faces qui ne sont pas en contact lors de la phase d'engagement.

10 La couche 23 supporte le poids du tube 201 à assembler, le couple de vissage et éventuellement des efforts parasites si l'axe de l'élément mâle fait un angle avec l'axe de l'élément femelle.

En fin de vissage (figure 13), la substance lubrifiante remplit substantiellement tous les jeux entre les filets 51, 52 et empêche le contact direct entre flancs porteurs 53, 54 sous traction et entre sommet de filet femelle 60 et fond de filet mâle 59 qui  
15 interfèrent radialement.

La figure 14 montre une variante de la figure 9 dans laquelle la couche 21 de substance lubrifiante n'est pas réalisée directement sur la surface brute d'usinage des filets mâles mais sur une couche de phosphatation 31 déposée au préalable et  
20 semblable en nature et en épaisseur à celle 32 en surface des filets femelles 52 de la figure 10.

Une telle configuration permet de mieux retenir la substance lubrifiante sur la surface des filets mâles et d'obtenir avec les filets femelles correspondants de la  
25 figure 10 un assemblage illustré par la figure 14, particulièrement apte à subir de nombreux cycles de vissage-dévissage sans risque de grippage.

Un tel joint fileté selon figure 15 nécessite par contre de réaliser une phosphatation à la fois sur manchon 202 et sur tubes 101, 101' et est donc plus coûteux que le  
30 joint de la figure 13.

La figure 16 représente la zone d'extrémité libre du tube 201 et par conséquent de l'élément fileté mâle de la figure 2.

-28-

Selon la figure 16, la couche 21 de la substance lubrifiante recouvre non seulement la surface des filets mâles 51 de la figure 9 mais également toute la surface périphérique extérieure de l'élément mâle au-delà du filetage, et plus spécialement en 27 la surface de portée d'étanchéité mâle 207 ainsi qu'en 29 la surface de butée mâle 209 d'extrémité de tube. Le poids de couche déposé sur les surfaces 207, 209 est sensiblement voisin de celui déposé à la surface des filets mâles.

La figure 17 représente la zone de logement femelle pour l'extrémité mâle du manchon 202 de la figure 2.

10

Selon la figure 17, la surface intérieure de l'élément femelle entre filetage 204 et talon 206, est traitée comme la surface des filets femelles 52 de la figure 10 par phosphatation au manganèse (couche 32) et est recouverte comme la surface de ces filets 52 par la couche 22 de la substance lubrifiante.

15

Les couches 32 et 22 recouvrent plus spécialement en 38 et 28 la surface de portée femelle 208 et en 40 et 30 la butée femelle 210.

Ces couches peuvent, sans inconvénient, s'étendre sur la surface périphérique intérieure du talon 206 et sur la surface périphérique extérieure du manchon 202.

L'épaisseur de la couche de phosphatation est sensiblement identique au niveau de la portée d'étanchéité 208, de la butée femelle 210 et des filets femelles 52.

De même, le poids de couche de substance lubrifiante est sensiblement identique au niveau de la portée d'étanchéité 208, de la butée femelle 210 et des filets femelles 52.

La figure 18 représente l'assemblage en position vissée de l'extrémité libre mâle de la figure 16 avec la zone correspondante femelle de la figure 17.

Au cours du vissage, les couches de substances lubrifiantes 27, 28 entrent en contact l'une de l'autre.

En poursuivant le vissage, ces couches retenues par la couche de phosphatation 38 empêchent le contact direct des surfaces métalliques des portées d'étanchéité et

-29-

leur grippage surtout lorsque les surfaces 207, 208 sont peu inclinées et lorsque le contact de ces surfaces jusqu'en position finale d'assemblage se produit sur une grande longueur.

- 5 Le mécanisme d'action de la substance lubrifiante est le même que celui au niveau des surfaces de filets.

Tout à fait en fin de vissage, les couches 29, 30 au niveau des surfaces de butée 209, 210 entrent en contact et empêchent le grippage de ces surfaces toujours par  
10 le même mécanisme.

La couche de phosphatation 40 a de même pour rôle de retenir au maximum le film de substance lubrifiante. Bien que non représenté, on peut aussi imaginer que la couche lubrifiante en 27 et 29 (portée et butée mâles) soit déposée non pas  
15 directement sur une surface métallique brute d'usinage mais sur des surfaces traitées par phosphatation comme dans le cas de la figure 17.

On peut aussi sans difficulté aucune appliquer l'enseignement exposé dans les figures 4 à 18 à des filetages cylindriques à un ou plusieurs étages tel que ceux 303, 303', 304, 304' du joint fileté intégral de la figure 3 ainsi qu'aux surfaces de butée et  
20 de portée d'étanchéité existant sur ce point.

D'autres modes de réalisation non décrits sont également couverts par la présente invention, notamment le cas où la couche de phosphatation est réalisée à la surface  
25 des filets de l'élément fileté mâle et non pas de l'élément fileté femelle (configuration opposée à celles des figures 1-18).

L'invention peut notamment s'appliquer à tout élément fileté, mâle ou femelle, quelle que soit la disposition du filetage ou des parties filetées, à toute forme de filet, à  
30 toute largeur de filet, constante ou variable sur la longueur du filetage, à des filets interférents ou non interférents, avec ou non contact ou frettage sur les deux flancs d'un même filet, que le joint fileté obtenu soit du type manchonné ou intégral. Elle peut aussi s'appliquer quels que soient le nombre, la forme et la disposition des surfaces de portée et de butée.



-30-

Nous allons maintenant décrire de manière non limitative différents exemples de procédé de dépôt de substance lubrifiante en couche mince à la surface de filets, de portées d'étanchéité et/ou de butées pour obtenir les joints résistant au grippage précédemment décrits.

5

On prépare un mélange liquide dont la viscosité est mesurée par coupe FORD n°4 à 25 °C et dont on donne ci-après plusieurs exemples non limitatifs de formulation. Les numéros de ces exemples de formulation de mélange liquide correspondent respectivement aux mêmes numéros des exemples précédents de composition de substance lubrifiante, la substance lubrifiante correspondant à l'« extrait sec » du mélange liquide du même numéro d'exemple.

EXEMPLE 1		
	- Solvant spécial hydrocarboné :	20 %
15	- Huile minérale :	47 %
	- Cire paraffinique pétrolière :	15 %
	- Produit soufré :	5 %
	- Sulfonates surbasés :	10 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
20	Viscosité selon coupe FORD n°4 :	20 s

EXEMPLE 2		
	- Solvant spécial hydrocarboné (white spirit) :	23 %
	- Huile minérale :	37 %
25	- Cire de petrolatum oxydé :	22 %
	- Produit soufré :	5 %
	- Sulfonates surbasés :	10 %
	- Dithiophosphate métallique :	3 %
	Viscosité selon coupe FORD n°4 :	20 s

30

EXEMPLE 3		
	- Solvant spécial hydrocarboné :	20 %
	- Huile minérale :	37 %
	- Cire de petrolatum :	25 %
35	- Produit soufré :	5 %
	- Sulfonates surbasés :	10 %

-31-

- Dithiophosphate métallique : 3 %
- Viscosité selon coupe FORD n°4 : 21 s

**EXEMPLE 4**

- 5 - Solvant spécial hydrocarboné : 22 %
- Huile minérale : 37 %
- Résine pétrolière tackifiante : 23 %
- Produit soufré : 5 %
- Sulfonates surbasés : 10 %
- 10 - Dithiophosphate métallique : 3 %
- Viscosité selon coupe FORD n°4 : 18 s

**EXEMPLE 5**

- Solvant spécial hydrocarboné : 22 %
- 15 - Huile minérale : 37 %
- Cire sulfonatée : 23 %
- Produit soufré : 5 %
- Sulfonates surbasés : 10 %
- Dithiophosphate métallique : 3 %
- 20 Viscosité selon coupe FORD n°4 : 16 s

**EXEMPLE 6**

- Solvant spécial hydrocarboné : 22 %
- Huile minérale : 37 %
- 25 - Bitume : 23 %
- Produit soufré : 5 %
- Sulfonates surbasés : 10 %
- Dithiophosphate métallique : 3 %
- Viscosité selon coupe FORD n°4 : 17 s

30

**EXEMPLE 7**

- Solvant spécial hydrocarboné : 20 %
- Huile minérale : 39 %
- Stéarate d'aluminium : 23 %
- 35 - Produit soufré : 5 %
- Sulfonates surbasés : 10 %

-32-

- Dithiophosphate métallique : 3 %
- Viscosité selon coupe FORD n°4 : 18 s

**EXEMPLE 8**

- 5 - Solvant spécial hydrocarboné : 20 %
- Huile minérale : 54 %
- Bentone lipophile : 8 %
- Produit soufré : 5 %
- Sulfonates surbasés : 10 %
- 10 - Dithiophosphate métallique : 3 %
- Viscosité selon coupe FORD n°4 : 17 s

**EXEMPLE 9**

- Solvant spécial hydrocarboné : 20 %
- 15 - Huile minérale : 52 %
- Polyalméthacrylate à 50 % : 10 %
- Produit soufré : 5 %
- Sulfonates surbasés : 10 %
- Dithiophosphate métallique : 3 %
- 20 Viscosité selon coupe FORD n°4 : 22 s

**EXEMPLE 10**

- Solvant spécial hydrocarboné : 42 %
- Cire de petrolatum oxydé : 23 %
- 25 - Polyisobutène : 1 %
- Paraffine chlorée : 34 %
- Viscosité selon coupe FORD n°4 : 20 s

**EXEMPLE 11**

- 30 - Solvant spécial hydrocarboné (heptane) : 40 %
- Huile minérale : 7 %
- Cire de petrolatum oxydé : 40 %
- Produit soufré : 3 %
- Sulfonates surbasés : 7 %
- 35 - Dithiophosphate métallique : 3 %
- Viscosité selon coupe FORD n°4 : 20 s

Tous ces mélanges liquides sont des dispersions intimes et stables ; ils sont de ce fait homogènes et donnent après élimination du solvant une substance lubrifiante homogène au sens qui a été défini ci-avant dans le présent texte.

5

Ces mélanges liquides peuvent commodément être préparés à l'avance et être stockés dans des récipients fermés en attendant d'être utilisés. Il conviendra simplement, si besoin est, d'homogénéiser le mélange avant emploi.

- 10 Le mélange doit être appliqué en couche mince d'épaisseur sensiblement uniforme sur des éléments filetés mâles et femelles selon figure 2 et plus particulièrement pour chacun des éléments filetés sur leur filetage 203, 204, sur leur portée d'étanchéité 207, 208 et sur leur butée 209, 210.

- 15 Le fait que les épaississants organiques utilisés pour les mélanges des exemples 1 à 7 et 9 à 11 possèdent des molécules chimiques à caractère polaire marqué permet au mélange liquide de mieux adhérer au substrat à recouvrir.

- 20 La teneur en solvant dans les mélanges liquides est de l'ordre de 20 % pour les exemples 1 à 9 et de l'ordre de 40 % pour les exemples 10 et 11. Elle varie notamment en fonction de la consistance de l'extrait sec obtenu après évaporation du solvant et de la nature du solvant (white spirit, heptane...).

- 25 Les éléments filetés mâles 1 qui se trouvent en extrémité des tubes 201 sont amenés bruts d'usinage sous une douche du type de celles utilisées pour phosphater les éléments filetés mâles.

- La douche est alimentée sous faible pression (1 à 3 bars relatifs) par le mélange liquide et asperge de mélange liquide la surface extérieure des éléments filetés.

30

Compte tenu de la faible viscosité du mélange liquide, celui-ci se répartit en film d'épaisseur uniforme sur toute la périphérie du filetage 203, de la partie d'étanchéité 207 et de la butée 209.

- 35 L'épaisseur du film de mélange liquide est fonction de la viscosité du mélange qui est elle-même notamment fonction de la teneur en huile et en solvant volatil : une

-34-

teneur élevée en huile et en solvant volatil abaisse la viscosité du mélange et par conséquent l'épaisseur du film liquide.

On laisse ensuite complètement évaporer le solvant de manière à obtenir une  
5 couche d'épaisseur sensiblement uniforme de substance lubrifiante.

Le temps de séchage du mélange liquide est lié à la durée d'évaporation du solvant laquelle est fonction de la nature du solvant (durée plus faible pour l'heptane que pour le white spirit par exemple) et de la température de séchage.

10

Les éléments filetés femelles 2 à revêtir sont situés à l'intérieur de manchons 202.

Les manchons 202 ont préalablement subi de manière connue un traitement de phosphatation au manganèse qui a recouvert le filetage 204, la portée 208 et la  
15 butée 210 de chacun des deux éléments filetés femelles d'une fine couche de conversion de phosphate d'environ 0,006 mm d'épaisseur.

Les manchons 202 sont ensuite amenés individuellement dans des enceintes de peinture qui comportent des buses de pulvérisation alimentées en mélange liquide  
20 et dirigées de manière à projeter de fines gouttelettes de mélange liquide vers le filetage, la portée et la butée de chaque élément fileté femelle.

L'épaisseur du film de mélange liquide résultant est fonction de la viscosité du mélange liquide, de la pression de pulvérisation, du diamètre des buses de  
25 pulvérisation et de la durée de la pulvérisation.

Les manchons sont ensuite retirés de l'enceinte de peinture et séchés par circulation d'air chaud jusqu'à évaporation complète du solvant.

30 Chaque manchon 202 est ensuite vissé en usine de manière standard par un de ses deux éléments filetés femelles sur un élément fileté mâle de l'une des deux extrémités du tube 101.

On protège ensuite de manière connue le second élément fileté femelle non vissé  
35 du manchon 202 et le second élément fileté mâle non vissé à l'autre extrémité du tube 201 par des protecteurs de manière à éviter toute pollution de ces éléments

-35-

filetés par des particules abrasives lors du transport ou du stockage, susceptible de détériorer les performances d'étanchéité lors de la mise en œuvre dans le puits de pétrole.

- 5 La substance lubrifiante appliquée possédant des vertus hydrophobes et anticorrosion permet de protéger les éléments filetés de la corrosion pendant le stockage et le transport.

Si toutefois la substance lubrifiante venait à être polluée, il est facile d'éliminer la  
10 couche de celle-ci comme s'il s'agissait d'une graisse par nettoyage haute pression à l'eau ou par solvant pétrolier, d'appliquer un nouveau film de mélange liquide, par exemple au pinceau et de laisser évaporer le solvant.

L'addition de colorant à la substance lubrifiante peut faciliter le contrôle de ces  
15 opérations d'élimination de la couche de substance lubrifiante polluée et de reconstitution de celle-ci.

Alternativement, on peut appliquer de la graisse standard type API sur l'élément fileté dévêtu ou non dévêtu ou encore partiellement dévêtu de substance lubrifiante.  
20 La substance lubrifiante est en effet totalement compatible avec la graisse type API.

De telles procédures de réparation ne sont pas possibles avec des vernis de glissement.

25 Nous allons maintenant présenter à la figure 19 deux courbes de vissage obtenues sur joints filetés VAM TOP® selon catalogue VAM® n° 940 édité par la demanderesse, de dimensions 5½" x 17 lb/ft (diamètre extérieur des tubes 139,7 mm et épaisseur des tubes 7,72 mm), en acier faiblement allié traité thermiquement pour un grade L80 (limite d'élasticité supérieure ou égale à  
30 551 MPa).

La figure 19 représente en ordonnées le couple de vissage T en fonction du nombre de tours N pour deux essais A et B, les courbes A et B ayant été décalées suivant l'axe des X pour faciliter leur lecture.

-36-

La courbe A est relative à un joint selon l'invention : l'élément fileté mâle est semblable à celui de la figure 9 (filets trapézoïdaux bruts d'usinage revêtus de la substance lubrifiante de l'exemple n° 2 de composition) et l'élément fileté femelle est semblable à celui de la figure 10 (filets trapézoïdaux phosphatés au manganèse et revêtus de la même substance lubrifiante de l'exemple n° 2 de composition).

La courbe B est relative à un joint de référence lubrifié de manière standard avec de la graisse API 5A2.

10 Sur les deux courbes A et B, une fois l'engagement réalisé entre élément fileté femelle et mâle, le couple de vissage monte régulièrement du fait du glissement sous pression de contact des faces correspondantes des filets. Le couple de vissage augmente significativement parce que l'interférence radiale entre les filets mâles et femelles résultant des caractéristiques dimensionnelles des joints filetés  
15 testés est élevée.

On note à un moment donné une augmentation de la pente de la courbe de vissage qui traduit l'apparition d'une interférence radiale entre portées d'étanchéité 207-208. Les courbes A et B de la figure 19 sont caractéristiques de joints filetés présentant  
20 une interférence entre portées d'étanchéité élevée.

A partir du point S, le couple du vissage augmente quasi verticalement et traduit l'accostage des butées 209/210.

25 Le point F désigne le couple final de vissage qui est situé entre le couple de vissage minimal ( $T_{\min}$ ) et le couple de vissage maximal ( $T_{\max}$ ) spécifiés pour ce type de joint fileté.

La courbe A obtenue sur un joint fileté selon la présente invention est très semblable  
30 à celle B obtenue sur un joint fileté lubrifié par de la graisse API tant au point de son allure que du couple à l'accostage  $T_S$  et du couple final  $T_F$ . Ceci démontre que le coefficient de frottement de la substance lubrifiante selon la présente invention est similaire à celui de la graisse API standard.

35 Pour les deux courbes A et B, le couple  $T_S$  à l'accostage est égal à environ 70 % du couple de vissage optimal spécifié pour ce type de joint fileté du fait de

l'appariement particulier des éléments filetés testés (interférences élevées tant entre filetages qu'entre portées d'étanchéité).

Les courbes A et B de la figure 20 montrent pour des joints filetés VAM TOP®  
5 similaires à ceux de la figure précédente et traités de la même manière la variation du couple d'accostage en fonction du nombre de cycles de vissage-dévissage réalisé (jusqu'à 10 cycles), le couple d'accostage étant exprimé en valeur relative du couple de vissage optimal, ce dernier étant la valeur moyenne entre couple de vissage minimal et couple de vissage maximal spécifiés.

10 On constate sur la figure 20 que le couple d'accostage varie peu au cours de ces 10 cycles de vissage-dévissage et que la stabilité du couple d'accostage est meilleure sur un joint fileté selon l'invention (courbe A) que celle d'un joint enduit de graisse API (courbe B) même en renouvelant l'enduction entre cycles de vissage-  
15 dévissage : le couple d'accostage  $T_s$  varie de 69 % du couple de vissage optimal au 1<sup>er</sup> vissage à 58 % au 10<sup>ème</sup> vissage dans le cas de la courbe A contre 70 % au 1<sup>er</sup> vissage et 36 % au 6<sup>ème</sup> vissage dans le cas de la courbe B. Ceci démontre qu'il reste toujours suffisamment de substance lubrifiante sur un joint fileté selon l'invention pour obtenir des caractéristiques lubrifiantes stables tant au niveau des  
20 filets que des portées d'étanchéité après 10 cycles de vissage-dévissage.

Les courbes C et D de la figure 20 montrent, pour respectivement les mêmes joints filetés que ceux des courbes A et B de la même figure 20, la variation du couple initial de dévissage en fonction du nombre de dévissages pour 10 cycles consécutifs  
25 de vissage-dévissage, cette variation étant exprimée en valeur relative du couple final de vissage.

Le premier enseignement de la courbe C de la figure 20 (joint fileté selon l'invention) est que, du fait de l'absence de grippage, il est toujours possible de dévisser le joint.

30 Le couple initial de dévissage varie pour la courbe C entre 97 % et 106 % du couple final de vissage, ce qui démontre encore des performances stables.

Dans le cas de la courbe D de la figure 20 (graisse API), le couple initial de  
35 dévissage varie entre 84 % et 101 % du couple final de vissage, soit une variation un peu plus importante que dans le cas de la courbe C.



L'aspect visuel final des filets et portées d'étanchéité après ces 10 cycles de vissage-dévissage est excellent, sans aucune trace de grippage.

- 5 Le tableau suivant compare les nombres de cycles de vissage-dévissage obtenus avant apparition de grippage pour un maximum de 10 cycles réalisés sur le même type de joints filetés VAM TOP® 5"½ 17 lb/ft grade L80 que pour les essais des figures 19 et 20 mais les éléments filetés ont été choisis pour montrer une interférence entre filetages faible et une interférence entre portées élevée.

10

	nombre de cycles avant grippage
Joint fileté avec graisse API 5A2 (référence)	≥ 10
Joint fileté avec vernis sec au MoS <sub>2</sub>	6
Joint fileté selon la présente invention avec substance lubrifiante selon exemple n° 2	≥ 10

Les résultats confirment que l'application de vernis sec au MoS<sub>2</sub> selon l'état de la technique conduit rapidement à un grippage inacceptable alors que celle de la substance lubrifiante définie précédemment donne des résultats satisfaisants,

- 15 comparables, du point de vue résistance au grippage, aux résultats sur joints revêtus de graisse API.

## REVENDEICATIONS

- 1) Elément fileté mâle ou femelle (2) pour joint fileté tubulaire résistant au grippage, comprenant un filetage respectivement mâle ou femelle (104, 204), une substance lubrifiante étant déposée en couche mince (22) au moins sur la surface (14, 16, 18, 20, 54, 56, 58, 60) des filets (12, 52) du filetage, cette surface étant traitée pour  
5 adsorber ou absorber ladite substance lubrifiante, caractérisé en ce que la substance lubrifiante est un mélange homogène :
- a) d'un épaississant,
  - b) d'au moins un additif extrême pression, le ou les additifs extrême pression étant compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant au  
10 moins un additif extrême pression à action chimique dit additif EP chimique qui est apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa et
  - c) d'une huile,
- les proportions des constituants de la substance lubrifiante étant choisies pour que ladite substance lubrifiante possède une consistance apte à assurer un régime de  
15 lubrification auto-alimenté et un caractère filmogène.
- 2) Elément fileté selon la revendication 1 caractérisé en ce que le ou les additifs EP chimiques et l'épaississant sont solubles dans l'huile.
- 20 3) Elément fileté selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que l'épaississant possède des molécules chimiques à caractère polaire marqué.
- 4) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que l'épaississant est stable chimiquement jusqu'à une température supérieure ou  
25 égale à 120°C et de préférence supérieure ou égale à 160°C.
- 5) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que l'épaississant est un épaississant organique.
- 30 6) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que l'épaississant est un épaississant minéral.
- 7) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que le ou les additifs EP chimiques sont choisis parmi le groupe constitué par les

-40-

additifs EP chimiques à base de soufre ou contenant du soufre, ceux à base de phosphore, ceux à base de soufre et de phosphore, ceux à base de chlore et ceux à base d'esters ou d'acides gras modifiés ou non ou à base d'esters complexes.

- 5 8) Élément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que l'épaississant organique est une cire de petrolatum oxydé, en ce que les additifs EP chimiques sont plusieurs comprenant un produit soufré, un sulfonate surbasé et un dithiophosphate métallique et en ce que l'huile est une huile minérale.
- 10 9) Élément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 caractérisé en ce que le ou les additifs EP comprennent au moins un additif EP à action physique sous forme de particules solides submicroniques.
- 10) Élément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 caractérisé en ce  
15 qu'au moins un du ou des additifs EP possède des propriétés anti-corrosion.
- 11) Élément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 caractérisé en ce que la teneur totale en additifs EP dans la substance lubrifiante est comprise entre 5 % et 50 % en poids et préférentiellement entre 15 % et 32 % en poids et en  
20 ce que les additifs EP comprennent plusieurs additifs EP chimiques.
- 12) Élément fileté selon la revendication 11 caractérisé en ce que la teneur en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 5 % et 60 % en poids et préférentiellement entre 8 % et 40 % en poids et en ce que la teneur en huile  
25 dans la substance lubrifiante est comprise entre 30 % et 75 % en poids.
- 13) Élément fileté selon la revendication 11 caractérisé en ce que la teneur en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 60 % et 80 % en poids et en ce que la teneur en huile dans la substance lubrifiante est comprise entre 5 %  
30 et 20 % en poids.
- 14) Élément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 caractérisé en ce que, le ou les additifs EP chimiques comprenant une paraffine chlorée, la teneur en épaississant dans la substance lubrifiante est comprise entre 25 % et 60 % en  
35 poids, en ce que la teneur totale en additifs EP dans la substance lubrifiante est

-41-

comprise entre 40 % et 75 % en poids et en ce que la teneur en huile dans la substance lubrifiante est comprise entre 0,5 % et 15 % en poids.

15) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 caractérisé en ce que le poids de couche de substance lubrifiante déposé est compris entre 0,1 g/m<sup>2</sup> et 40 g/m<sup>2</sup>.

16) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 15 caractérisé en ce que la surface (14, 16, 18, 20, 54, 56, 58, 60) des filets du filetage, traitée pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante est la surface d'une couche (32) choisie parmi le groupe constitué par les couches de phosphatation, les couches d'oxalatation et les couches métalliques.

17) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 16 caractérisé en ce que la surface (14, 16, 18, 20, 54, 56, 58, 60) des filets du filetage est traitée pour conférer à ladite surface une rugosité contrôlée de manière à adsorber ou absorber la substance lubrifiante.

18) Elément fileté selon la revendication 16 ou 17 caractérisé en ce que la surface (14, 16, 18, 20, 54, 56, 58, 60) des filets du filetage est traitée pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante sur une profondeur comprise entre 0,003 mm et 0,080 mm.

19) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 18 caractérisé en ce que, l'élément fileté comprenant au moins une portée d'étanchéité (208), la substance lubrifiante est aussi déposée en couche mince (28) sur chaque surface de portée d'étanchéité.

20) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 19 caractérisé en ce que, l'élément fileté comprenant au moins une butée de vissage (210), la substance lubrifiante est aussi déposée en couche mince (30) sur chaque surface de butée.

21) Elément fileté selon la revendication 19 ou 20 caractérisé en ce que toutes les surfaces sur lesquelles la substance lubrifiante est déposée en couche mince sont des surfaces traitées pour adsorber ou absorber la substance lubrifiante.

22) Elément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 21 caractérisé en ce que la substance lubrifiante comprend moins de 5 % en poids de colorant inactif vis-à-vis des propriétés de résistance au grippage.

5

23) Joint fileté tubulaire résistant au grippage et comprenant un élément fileté mâle et un élément fileté femelle, chacun de ces éléments filetés comprenant un filetage du type correspondant, ces filetages étant vissés l'un dans l'autre dans une position d'assemblage, caractérisé en ce qu'au moins un des deux éléments filetés est un

10 élément fileté selon l'une quelconque des revendications 1 à 22.

24) Joint fileté tubulaire selon la revendication 23, caractérisé en ce qu'un seul des deux éléments filetés est un élément fileté (2) selon l'une quelconque des revendications 1 à 22, l'autre élément fileté (1) étant muni au moins sur la surface

15 des filets (51) de son filetage (203) d'une substance lubrifiante directement déposée en couche mince (21), la substance lubrifiante étant un mélange homogène :

a) d'un épaississant,

b) d'au moins un additif extrême pression, le ou les additifs extrême pression étant compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant au

20 moins un additif extrême pression à action chimique dit additif EP chimique qui est apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa et

c) d'une huile,

les proportions des constituants de la substance lubrifiante étant choisies pour que ladite substance lubrifiante possède une consistance pâteuse de viscosité comprise

25 entre 40 et 400 cSt à la température de +40°C, un caractère filmogène et soit apte à assurer un régime de lubrification auto-alimenté.

25) Procédé d'obtention d'une couche mince d'une substance lubrifiante sur un élément fileté mâle ou femelle pour joint fileté tubulaire résistant au grippage,

30 l'élément fileté comprenant un filetage respectivement mâle ou femelle, la substance lubrifiante possédant une consistance pâteuse collante, un caractère filmogène et apte à assurer un régime de lubrification auto-alimenté, procédé dans lequel :

a) on prépare un mélange liquide homogène entre :

- un solvant volatil,

35 - un épaississant,

-43-

- au moins un additif extrême pression, le ou les additifs extrême pression étant compatibles physiquement et chimiquement avec l'épaississant et comprenant au moins un additif extrême pression à action chimique apte à un usage à des pressions de Hertz supérieures ou égales à 1000 MPa et
- 5 - une huile,
- b) on applique au moins sur la surface des filets du filetage une couche mince d'épaisseur sensiblement uniforme dudit mélange liquide, ladite surface des filets du filetage pouvant optionnellement être préalablement traitée pour adsorber ou absorber ladite substance lubrifiante, et
- 10 c) on laisse ou on fait évaporer le solvant volatil.

1/7

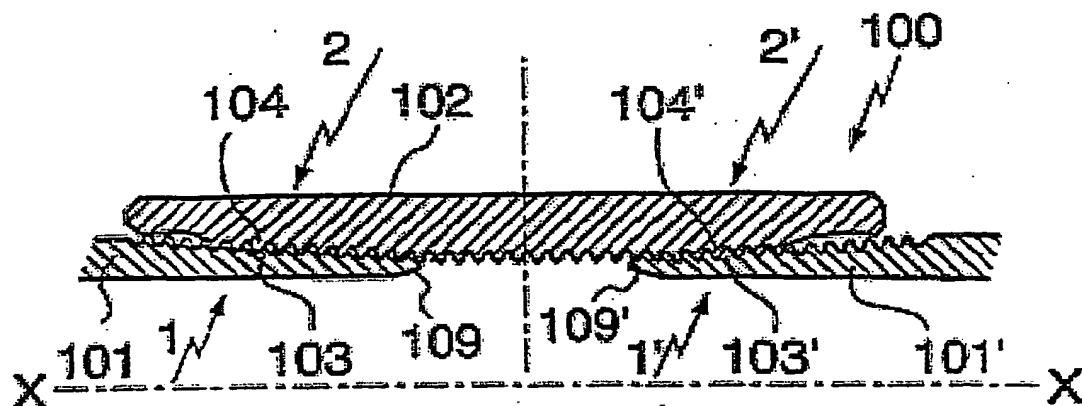


Fig 1

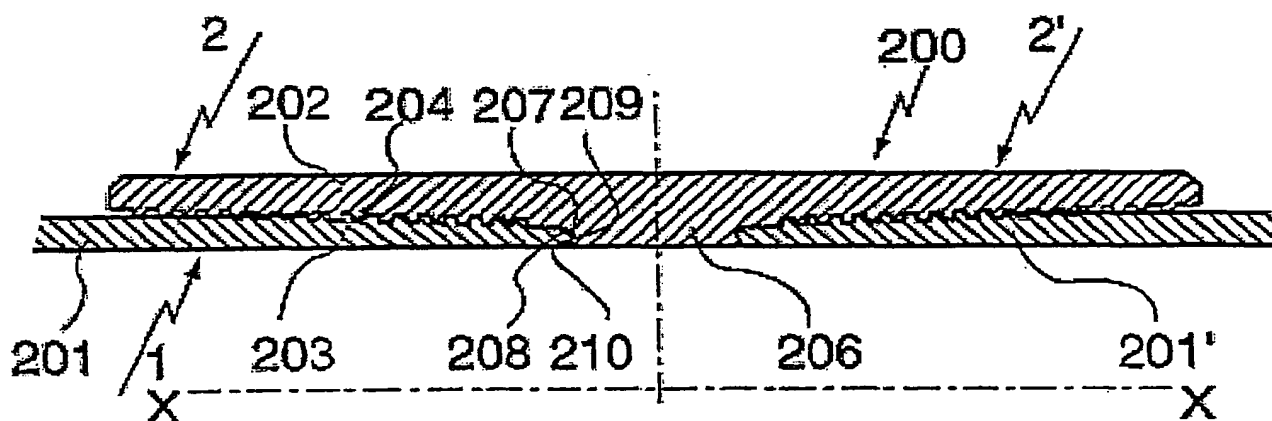


Fig 2

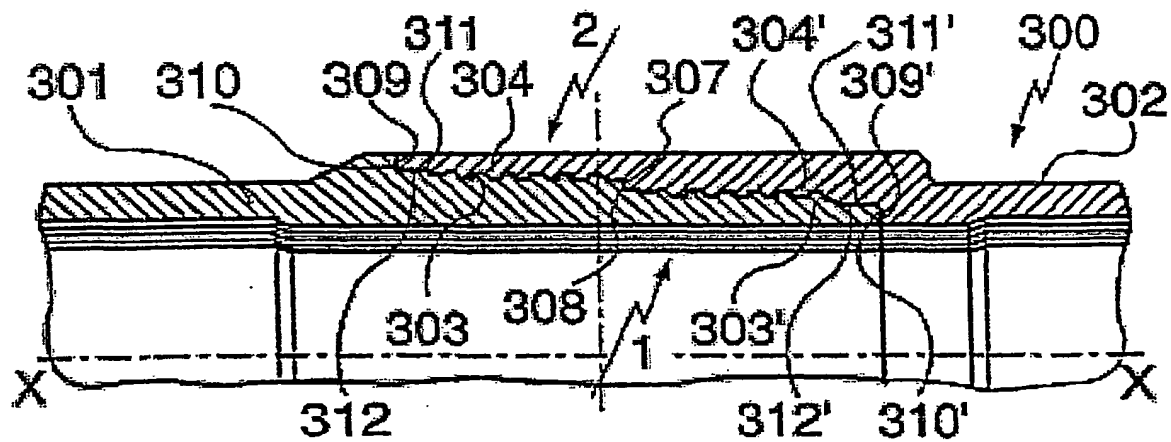


Fig 3





3/7

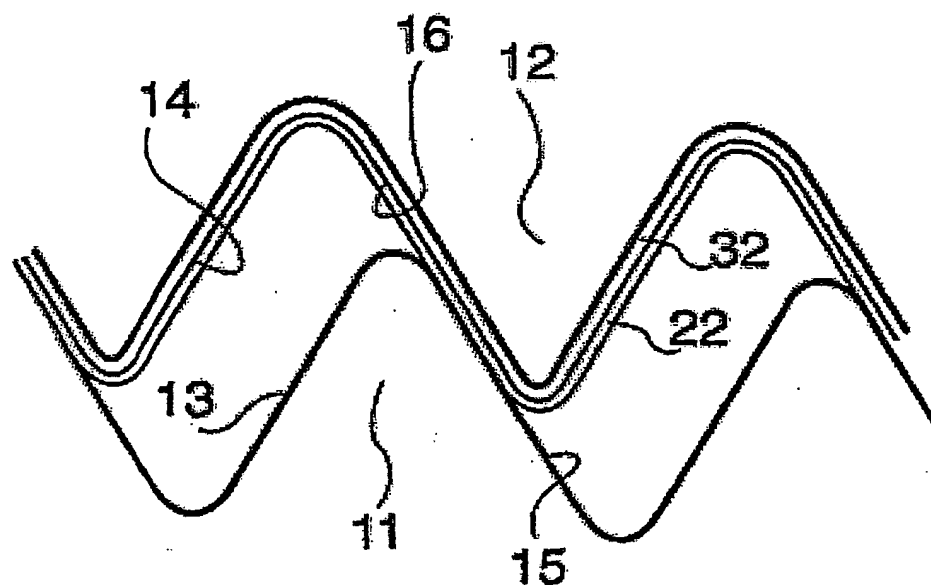


Fig. 7

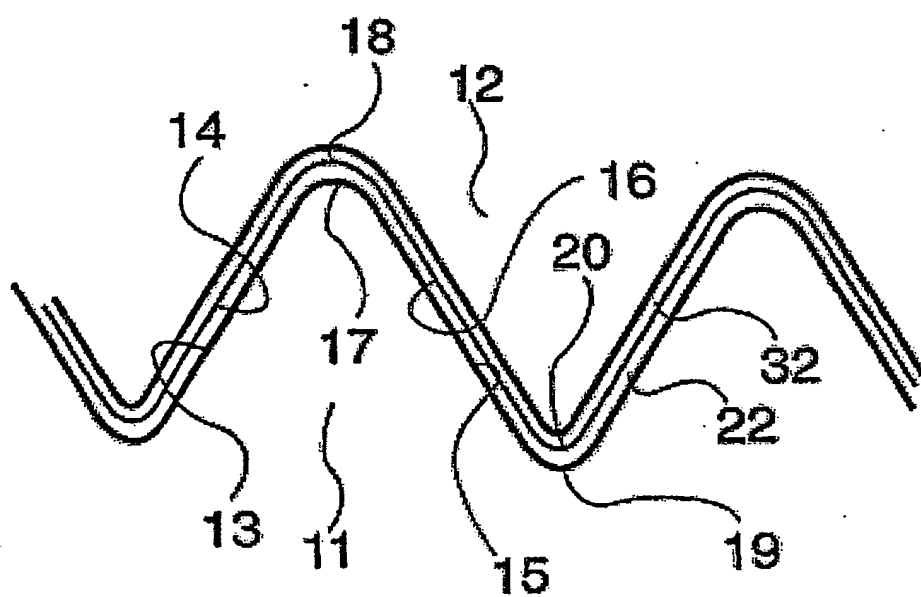


Fig. 8

4/7

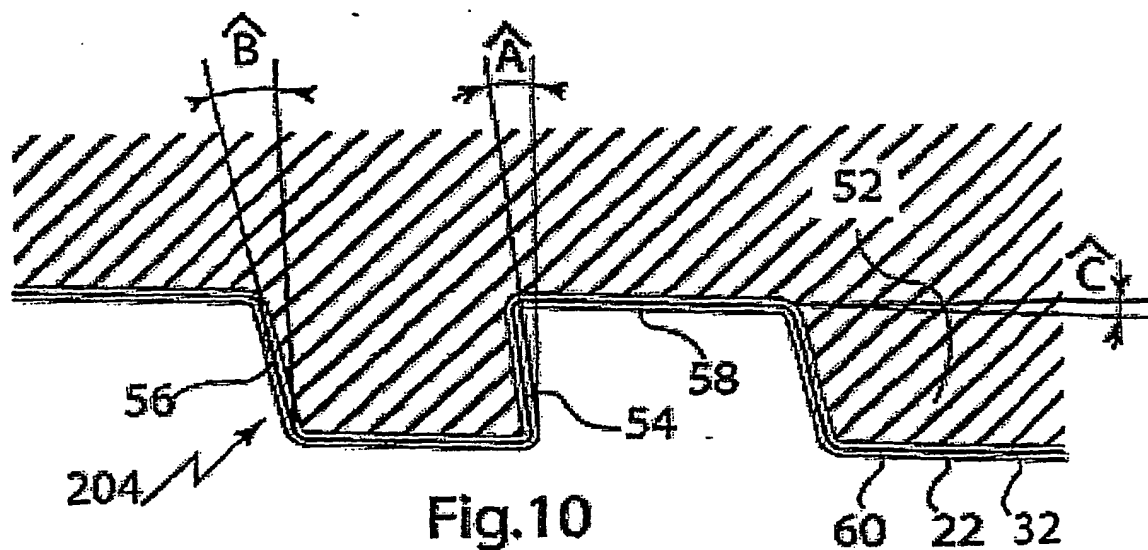


Fig. 10

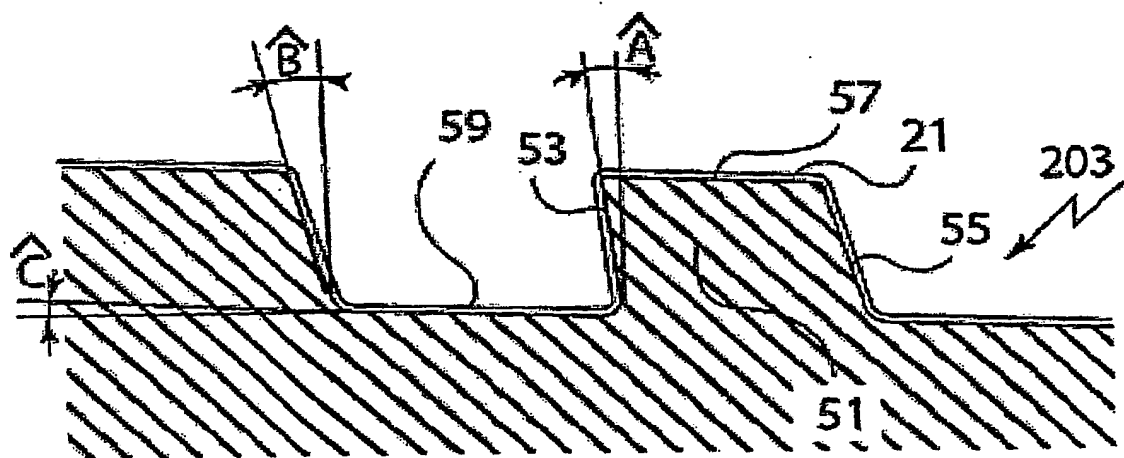


Fig. 9

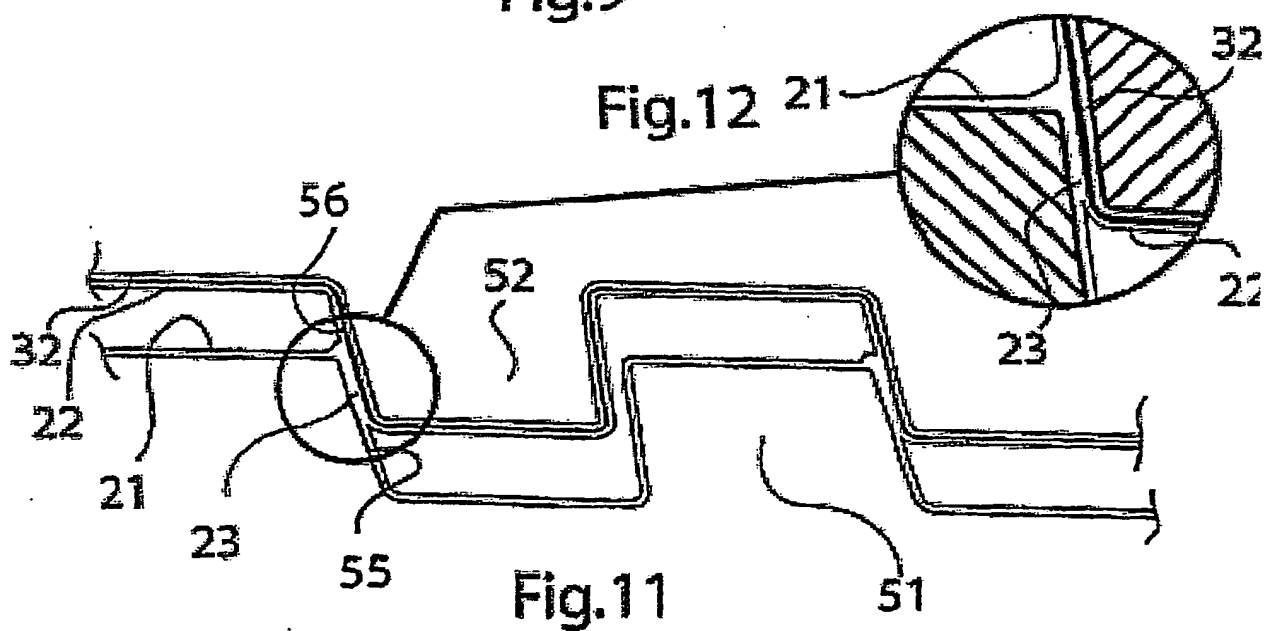
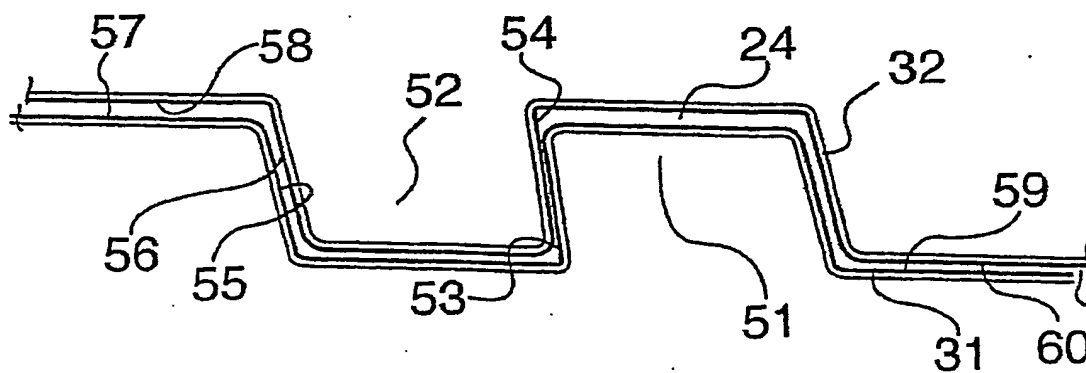
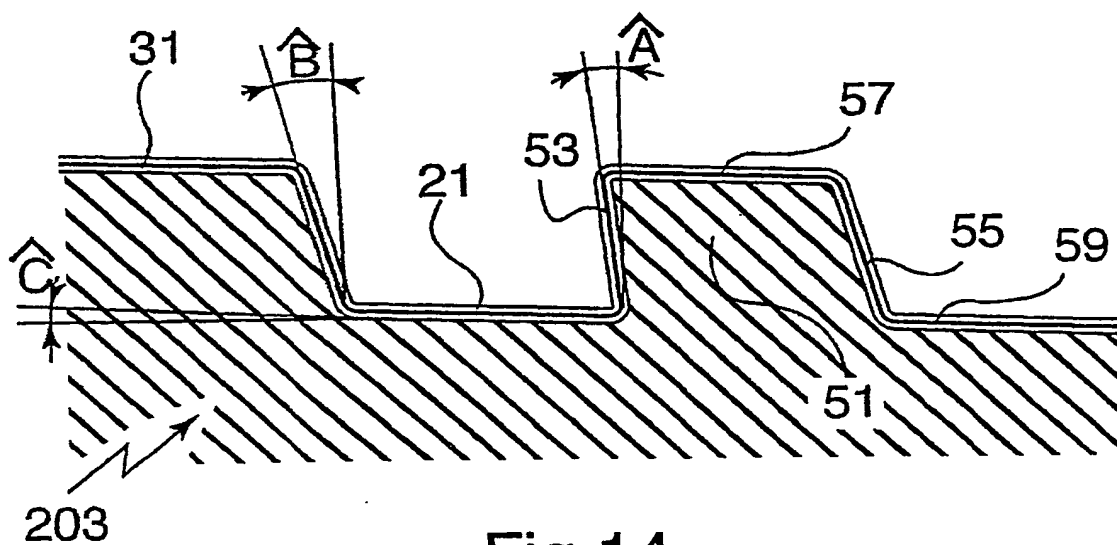
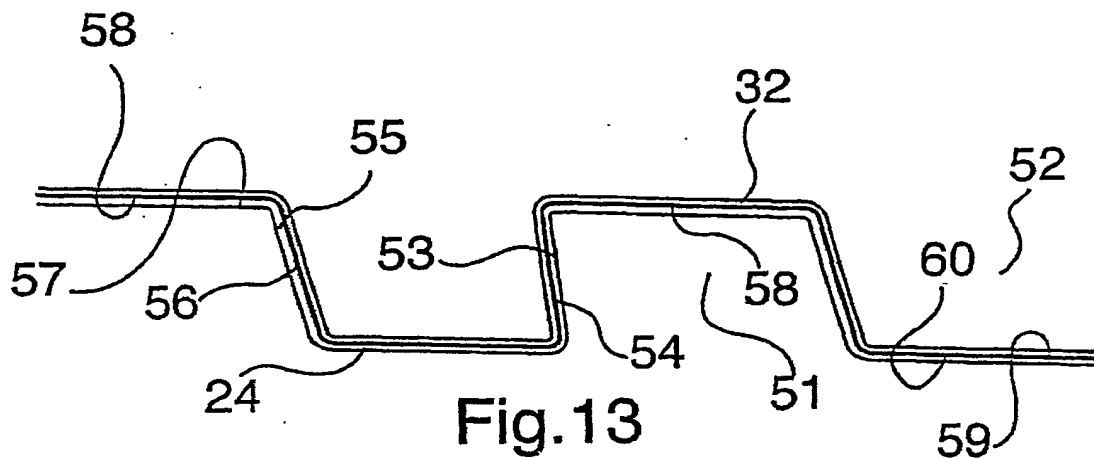


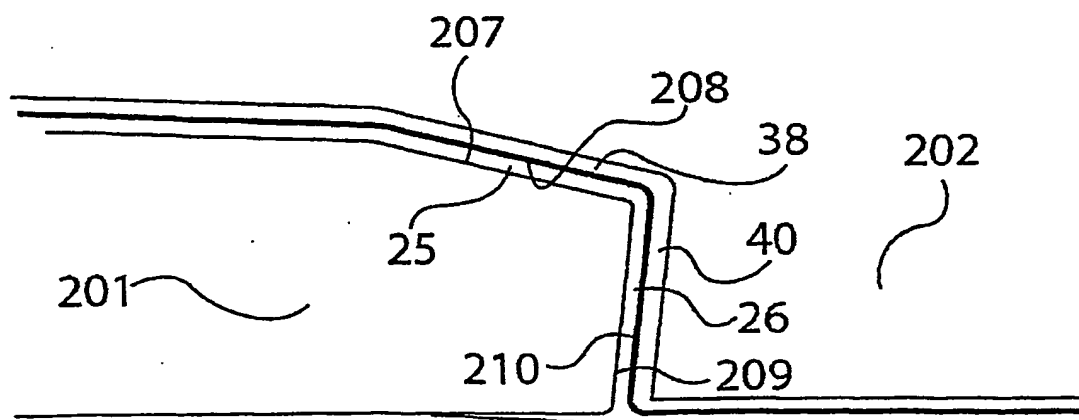
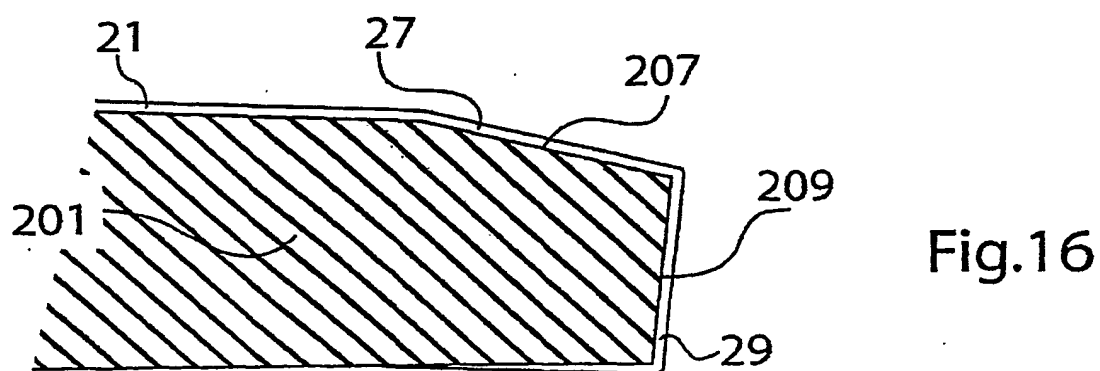
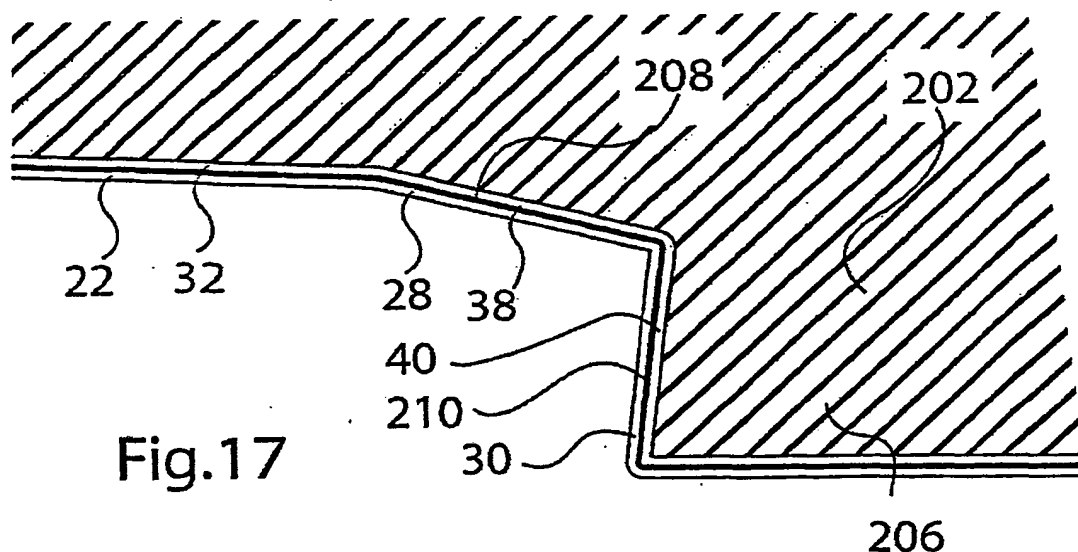
Fig. 11

Fig. 12

5/7



6/7



7/7

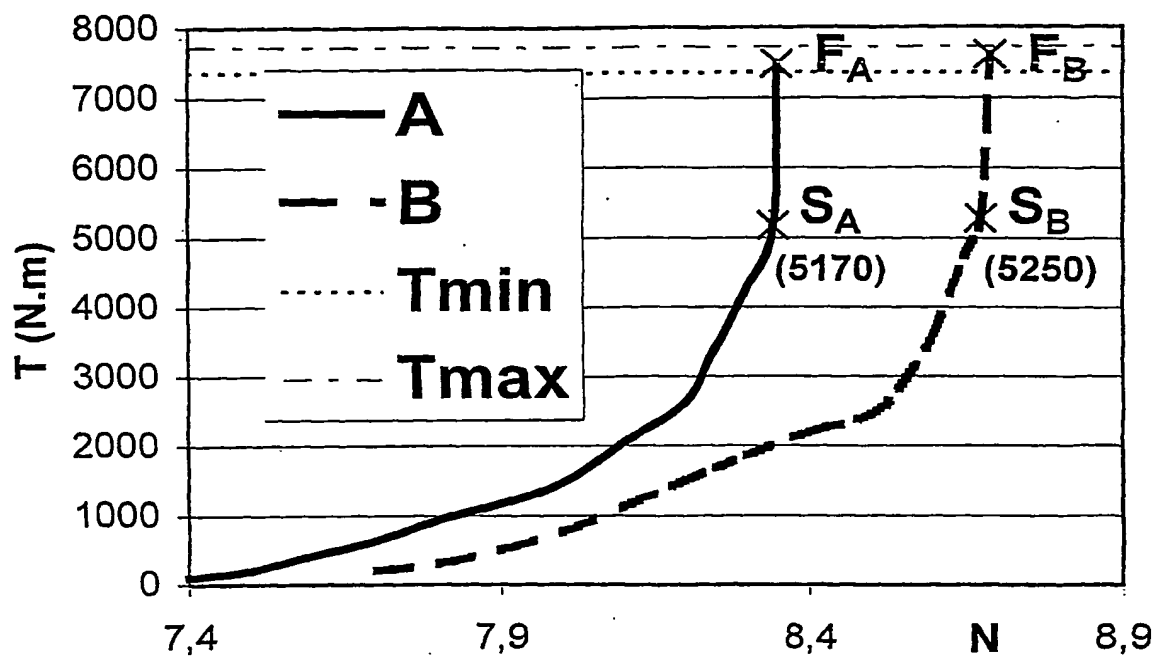


Fig.19

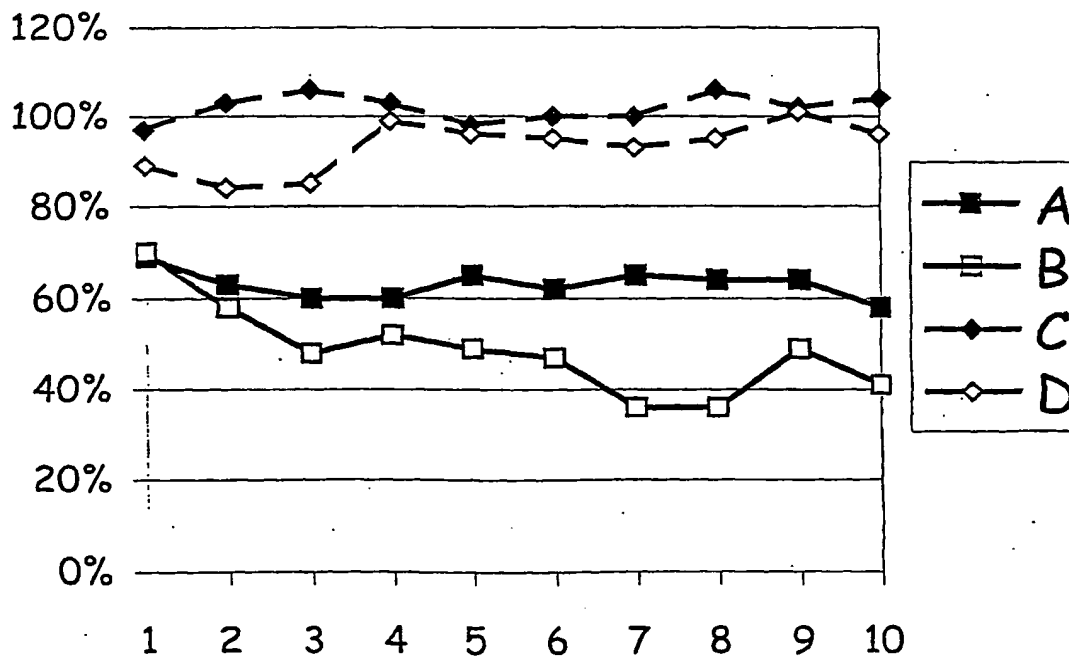


Fig.20

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

In 1st Application No

F . . . . R 01/02588

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C10M169/00 E21B17/042 F16B33/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C10M E21B F16B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2 065 247 A (HERSCHEL G. SMITH) 22 December 1936 (1936-12-22) cited in the application	1-5, 7, 11
Y	the whole document	16-25
X	GB 1 033 735 A (ACHESON IND INC) 22 June 1966 (1966-06-22) cited in the application	1-7, 9-13
Y	page 1, line 32 - page 2, line 33 page 2, line 48 - line 88	15-25
X	GB 1 086 720 A (BAKER OIL TOOLS INC) 11 October 1967 (1967-10-11) cited in the application	1-6, 9, 11
Y	page 1, line 66 - page 2, line 25 page 3, line 22 - line 126 page 4, line 14 - line 24; figures 1, 2; example 2	15-25



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 November 2001

Date of mailing of the international search report

07/12/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Rotsaert, L

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

R 01/02588

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 3 095 375 A (H.J.PITMAN) 25 June 1963 (1963-06-25) cited in the application column 2, line 58 -column 4, line 9; examples I-IV ---	6,8-10
X	US 2 419 144 A (J.P.KELLY) 15 April 1947 (1947-04-15) cited in the application the whole document ---	1-7,9-11
A	US 5 275 845 A (KRINGS REINER ET AL) 4 January 1994 (1994-01-04) cited in the application the whole document ---	1
A	US 4 414 247 A (HUEBECKER HANS ET AL) 8 November 1983 (1983-11-08) cited in the application claim 1 ---	15-24
Y	US 3 526 593 A (OLIVER JOHN E JR) 1 September 1970 (1970-09-01) column 1, line 37 -column 2, line 9 column 3, line 4 - line 35 column 4, line 73 -column 5, line 33 ---	16-25
Y	FR 2 597 117 A (SHELL INT RESEARCH) 16 October 1987 (1987-10-16) the whole document ---	16-25
A	WO 93 06197 A (VIK TRONN KR) 1 April 1993 (1993-04-01) the whole document -----	1-25

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

R 01/02588

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2065247	A	22-12-1936	US 2065248 A	22-12-1936
GB 1033735	A	22-06-1966	DE 1288220 B FR 1354589 A	15-06-1964
GB 1086720	A	11-10-1967	DE 1569895 A1 FR 1412083 A	14-08-1969 24-12-1965
US 3095375	A	25-06-1963	NONE	
US 2419144	A	15-04-1947	NONE	
US 5275845	A	04-01-1994	DE 4121488 A1 CA 2072431 A1 DE 59202303 D1 EP 0520596 A1 JP 5187581 A NO 922510 A	14-01-1993 27-12-1992 29-06-1995 30-12-1992 27-07-1993 28-12-1992
US 4414247	A	08-11-1983	EP 0061553 A1 AT 9393 T CA 1167331 A1 CS 251068 B2 DE 3165930 D1 ES 509627 D0 ES 8302254 A1 JP 57167511 A YU 37982 A1	06-10-1982 15-09-1984 15-05-1984 11-06-1987 18-10-1984 16-12-1982 01-04-1983 15-10-1982 20-03-1985
US 3526593	A	01-09-1970	GB 1075550 A	
FR 2597117	A	16-10-1987	AU 592420 B2 AU 7116587 A DE 3711611 A1 FR 2597117 A1 GB 2189501 A , B IT 1203871 B NL 8700821 A NO 871463 A	11-01-1990 15-10-1987 15-10-1987 16-10-1987 28-10-1987 23-02-1989 02-11-1987 12-10-1987
WO 9306197	A	01-04-1993	NO 173285 C AU 2597092 A GB 2274654 A , B JP 6510813 T WO 9306197 A1	24-11-1993 27-04-1993 03-08-1994 01-12-1994 01-04-1993



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Internationale No  
R 01/02588

## A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 C10M169/00 E21B17/042 F16B33/06

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C10M E21B F16B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 2 065 247 A (HERSCHEL G. SMITH) 22 décembre 1936 (1936-12-22) cité dans la demande	1-5, 7, 11
Y	le document en entier	16-25
X	GB 1 033 735 A (ACHESON IND INC) 22 juin 1966 (1966-06-22) cité dans la demande	1-7, 9-13
Y	page 1, ligne 32 - page 2, ligne 33 page 2, ligne 48 - ligne 88	15-25
X	GB 1 086 720 A (BAKER OIL TOOLS INC) 11 octobre 1967 (1967-10-11) cité dans la demande	1-6, 9, 11
Y	page 1, ligne 66 - page 2, ligne 25 page 3, ligne 22 - ligne 126 page 4, ligne 14 - ligne 24; figures 1, 2; exemple 2	15-25
	-/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*&\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

30 novembre 2001

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

07/12/2001

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Rotsaert, L

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Internationale No  
PCT/ISA/210 01/02588

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 3 095 375 A (H.J.PITMAN) 25 juin 1963 (1963-06-25) cité dans la demande colonne 2, ligne 58 -colonne 4, ligne 9; exemples I-IV ----	6,8-10
X	US 2 419 144 A (J.P.KELLY) 15 avril 1947 (1947-04-15) cité dans la demande le document en entier ----	1-7,9-11
A	US 5 275 845 A (KRINGS REINER ET AL) 4 janvier 1994 (1994-01-04) cité dans la demande le document en entier ----	1
A	US 4 414 247 A (HUEBECKER HANS ET AL) 8 novembre 1983 (1983-11-08) cité dans la demande revendication 1 ----	15-24
Y	US 3 526 593 A (OLIVER JOHN E JR) 1 septembre 1970 (1970-09-01) colonne 1, ligne 37 -colonne 2, ligne 9 colonne 3, ligne 4 - ligne 35 colonne 4, ligne 73 -colonne 5, ligne 33 ----	16-25
Y	FR 2 597 117 A (SHELL INT RESEARCH) 16 octobre 1987 (1987-10-16) le document en entier ----	16-25
A	WO 93 06197 A (VIK TRONN KR) 1 avril 1993 (1993-04-01) le document en entier -----	1-25

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

C Internationale No  
.....R 01/02588

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2065247	A	22-12-1936	US 2065248 A	22-12-1936
GB 1033735	A	22-06-1966	DE 1288220 B FR 1354589 A	15-06-1964
GB 1086720	A	11-10-1967	DE 1569895 A1 FR 1412083 A	14-08-1969 24-12-1965
US 3095375	A	25-06-1963	AUCUN	
US 2419144	A	15-04-1947	AUCUN	
US 5275845	A	04-01-1994	DE 4121488 A1 CA 2072431 A1 DE 59202303 D1 EP 0520596 A1 JP 5187581 A NO 922510 A	14-01-1993 27-12-1992 29-06-1995 30-12-1992 27-07-1993 28-12-1992
US 4414247	A	08-11-1983	EP 0061553 A1 AT 9393 T CA 1167331 A1 CS 251068 B2 DE 3165930 D1 ES 509627 D0 ES 8302254 A1 JP 57167511 A YU 37982 A1	06-10-1982 15-09-1984 15-05-1984 11-06-1987 18-10-1984 16-12-1982 01-04-1983 15-10-1982 20-03-1985
US 3526593	A	01-09-1970	GB 1075550 A	
FR 2597117	A	16-10-1987	AU 592420 B2 AU 7116587 A DE 3711611 A1 FR 2597117 A1 GB 2189501 A ,B IT 1203871 B NL 8700821 A NO 871463 A	11-01-1990 15-10-1987 15-10-1987 16-10-1987 28-10-1987 23-02-1989 02-11-1987 12-10-1987
WO 9306197	A	01-04-1993	NO 173285 C AU 2597092 A GB 2274654 A ,B JP 6510813 T WO 9306197 A1	24-11-1993 27-04-1993 03-08-1994 01-12-1994 01-04-1993